分析样品制备

阎军　胡文祥　主编



解放军出版社

普析通用
PGENERAL

[全新的分析仪器世界]

www.pgeneral.com

中国分析仪器行业中率先通过ISO9001-ISO14001体系双认证企业



TAS-986型 原子吸收分光光度计

■荣获'97BCEIA金奖
■灵敏度Cu 5μg/ml 0.85Abs 以上
■自动转换8支元素灯架
■火焰/石墨炉自动转换
■横向加热石墨管实现等温原子化
■遇到异常情况可自动提示或警报，并启动相应保护措施，以保证仪器使用的安全性



TU-1901型 双光束紫外可见分光光度计

■荣获'97BCEIA金奖
■进口全息光栅、长寿氘灯、光电倍增管及电机
■分辨率达0.1nm、杂散光低于0.02%T
■多达10波长的光度测量，同时测定吸光度
■单波长、双波长、三波长及微分定量计算
■多达20点1-4次工作曲线回归
■WINDOWS界面中文控制软件，实现多窗、多模式



TU-1800SPC型 紫外可见分光光度计

■双光束比例监测，提高基线稳定性
■自动八联样品池，可实现溶出度六个样品及空白一次测定
■微机控制，一至三波长定量测定，谱图微分，四则运算等数据处理
■10个波长处的光度测量，20点1-4次曲线回归
进口接收器，2000小时长寿命氘灯
■关键元器件选用国际知名品牌，确保仪器质量



HUMAN系列超纯水器

■用途：进自来水—生产纯水和超纯水，一般实验室用水和玻璃器皿的清洗用水
■超纯水：AAS、ICP、IC、HPLC、GC/MS、痕量金属测量，细胞组织培养等
■水质显示：数字显示—纯水：0-50μs.cm　　超纯水：可达到18.3 MΩ.cm
■显示功能：水质的电导率和电阻率，设置两级水质报警。
■自动排水：自动清洗，自检，提示更换过滤器
■控制功能：自检，自动排水，自动清洗，手动清洗，时间倒计时显示，过滤器更换显示，自动/手动循环（超纯水）
■出水量：18L/hr 28L/hr 38L-hr 54L/hr

北京普析通用仪器有限责任公司
Beijing Purkinje General Instrument Co.,Ltd

总部地址：北京市海淀区清华东路17号 79信箱
联络电话：（010）62313377 62319829 62319830
公司网址：http://www.pgeneral.com
邮政编码：100083
公司传真：（010）62319826
公司邮箱：webmaster@pgeneral.com

中国免费服务热线 8008100172

统一书号：55065·1733
定价：76元

分析样品制备

阎　军　胡文祥　主编

京新登字 117 号

书名：分析样品制备

主　编：阎　军　胡文祥
出版者：解放军出版社
　　[北京地安门西大街 40 号/邮政编码 100035]
印刷者：北京市育新胶印总厂
发行者：解放军出版社发行部

开　本：889 毫米 x 1192 毫米　1/16
印　张：23.62
字　数：628 千字
版　次：2003 年 2 月第 1 版
印　次：2003 年 2 月（北京）第 1 次印刷
印　数：6200 本

统一书号：55065·1733

分析样品制备

顾　问：邓　勃　刘明钟　刘　伟

主　编：阎　军　胡文祥

副主编：孙宏伟　李玉珍　孙玉岭

主　审：迟锡增　尹　洧

编　委：（按姓氏笔划为序）

王安邦　邓石葛　孙玉岭

孙宏伟　吕　萍　李玉珍

李　珍　阎　军　陈　倩

张维民　胡文祥　张奕璇

前　言

第二次世界大战以来，仪器分析获得了飞跃地发展。20 世纪 60 和 70 年代环境科学的兴起，80 年代以后生命科学的发展，对分析测试技术提出了更高的要求，而整个科学技术的高速发展，又促进了分析技术的高速发展，新型仪器不断问世，新技术和新方法不断出现，应用领域不断拓展，仪器分析已广泛地应用于科学技术和国民经济以及人民生活的各个领域。

分析测试的重要性在于，她能为人们提供准确可靠的基础数据和原始信息，测试结果的可靠性有赖于对分析全过程严格的质量控制。人们知道，采样的代表性和样品制备质量是任何样品分析不可缺少的重要环节，对分析结果的好坏有着直接的影响。长期以来，分析样品处理和试样制备一直是整个分析过程中最费力、费时的一个环节，也是分析工作中薄弱的环节之一。

为了保证分析结果的准确可靠，应该充分重视分析样品处理和试样制备。为此我们编撰了《分析样品制备》一书，收集了近千例各种分析样品的预处理与试样制备方法，涉及地质冶金、石油化工、农业轻工、生物医药、食品、环境保护等各个领域，侧重于实用，对各种样品预处理和试样制备的具体操作有详细的介绍。本书同时对微波溶样新技术的原理、设备、特点与应用进行了比较详细的叙述。微波技术的广泛应用，必将为溶样带来革命性的变化。

全书共分为 12 章，分别为食品、生物样品、土壤、环境样品、轻工样品、地质样品、冶金样品、药物及其它样品、微波消解技术、实验室安全与防护及附录等。

北京普析通用仪器有限责任公司、总装备部军事医学研究所、北京吉大小天鹅仪器有限公司、美国培安有限公司、北京美诚公司和北京祥鹄科技发展有限公司等单位对本书的出版给予了多方面的支持，在此对他们一并表示衷心的感谢！

因编者学识有限，时间仓促，书中错误和疏漏之处在所难免，敬请广大读者和专家批评指正。

编者

2003 年 2 月

目　录

第 1 章　食品类 …… (1)

1.1　概述 …… (1)

1.2　一般食品 …… (2)

食品　(As、Se、Zn) …… (2)

食品　(As) …… (2)

食品　(As、Hg) …… (3)

食品　(As、Hg) …… (3)

食品　(Cd、As、Pb、Se、Zn) …… (3)

食品　(Cd) …… (4)

食品　(Cd) …… (4)

食品　(Cr) …… (4)

食品　(Fe、Mg、Mn) …… (5)

食品　(Hg) …… (5)

食品　(K、Na、Ca、Mg、Cu、Zn、Fe、Mn) …… (5)

食品　(Pb) …… (5)

食品　(Pb、As) …… (6)

食品　(Pb、Cd、Cu) …… (6)

食品　(Pb、As、Cd、Cu、Ni、Fe、Zn、Ca、Hg、Se) …… (6)

食品　(Pb) …… (6)

食品　(Pb、As) …… (6)

食品　(Pb、As、Cu) …… (7)

食品　(Pb、As) …… (7)

食品　(Sb) …… (7)

食品　(Se) …… (8)

食品　(Se) …… (8)

食品　(Sn) …… (8)

食品　(Sn) …… (8)

食品　(Zn) …… (9)

食品　(Zn、Cu、Fe) …… (9)

1.3　粮食类 …… (10)

粮食　(Cd、Co、Ni) …… (10)

粮食　(Cu) …… (10)

粮食　(Pb、Cu、Cd) …… (10)

粮食　(Te) …… (10)

米粉　(Ca、Fe) …… (10)

米粉　(Fe、K、Zn) …… (11)

米粉　（Hg）…… (11)
米粉　（Mo）…… (11)
米粉、面粉　（Pb）…… (11)
米粉、面粉　（Pb）…… (11)
大米　（Cu）…… (11)
大米、面粉、豆类、蔬菜、大枣、水果　（Cu、Zn、Fe）…… (12)
大米及稻子　（Sm、La、Ce、Pr、Nd、Eu、Gd、Tb、Dy、Ho、Er、Tm、Yb、Lu、Y）…… (12)
小麦叶片　（K）…… (12)
小麦制粉　（Pb、Zn、K、Na、Mg、Fe、Mn、Cu、Cd、Cr、Ni、Co、P）…… (12)
小米　（Se）…… (13)
豆类样品　（Mo）…… (13)
麦芽粉　（Se、Ge）…… (13)
苦荞复合挂面　（V、Cr、Cu、Mn、Se）…… (13)
大米粉、脱脂奶粉　（Zn）…… (13)
1.4 酒及饮料类 …… (14)
饮料　（Cu、Cd、Fe、Zn、Mn、Mg）…… (14)
饮料　（Pb）…… (14)
果汁饮料　（Sn、Sb）…… (14)
野生白刺果汁　（K、Na、Ca、Mg、Cu、Zn、Fe、Mn）…… (14)
冷饮　（Pb）…… (14)
天然饮水（Ag）…… (15)
矿泉水　（As、Se）…… (15)
矿泉水　（Ca、K、Na、Mg）…… (15)
矿泉水　（Cu、Zn、Fe、Mn）…… (15)
矿泉水　（Ge）…… (15)
汽水　（Zn、Cu、Fe）…… (16)
茶叶　（B）…… (16)
茶叶　（Cu、Ni）…… (16)
茶叶　（Cu）…… (16)
茶叶　（Cr、Ni）…… (16)
茶叶　（Cd）…… (17)
茶叶　（Mg、Ca、Fe、Cu、Zn、Ni、Sr）…… (17)
茶叶　（Mn、P）…… (17)
茶叶　（Mn）…… (17)
茶叶　（Pb）…… (17)
茶叶　（Pb）…… (18)
茶叶　（Pb、Cd）…… (18)
茶叶　（Ni、Cr）…… (18)
茶叶　（Se）…… (18)
茶叶　（稀土元素）…… (18)

雪茶、山珍品、地耳、鸡枞菌　（Ca、Mg、Zn、Cu、Fe、Cr、Mn、Co）…… (19)
啤酒　（Al）…… (19)
白酒　（Cu、Zn、Fe、Mn）…… (19)
啤酒新原料黑米　（Fe、Mn、Zn）…… (19)
灵芝酒　（Ge）…… (19)
葡萄酒　（Pb）…… (19)
酒　（Pb、Mn）…… (19)
营养辅酒　（Se）…… (20)
1.5 蔬菜、水果类 …… (20)
蔬菜　（Al、K、Ca、P、Fe、Mn、Co、Ge、Pb、Na、Mg、Cu、Zn、B、Ni、V、Cd、Sr）…… (20)
蔬菜　（Ca、K、Mg、Cu、Fe、Zn、Mn）…… (20)
蔬菜　（Cd、As、Cr、Pb）…… (20)
蔬菜　（F）…… (21)
蔬菜、中药　（Cu）…… (21)
蔬菜　（Pb）…… (21)
蔬菜　（S）…… (21)
蔬菜　（维生素 C）…… (21)
蔬菜　（五氯硝基苯）…… (22)
广西果蔬　（Ca、Zn、Fe、Cu、Mg、Pb、Cr、Cd、Ni、Sr、Mn）…… (22)
东北野菜　（Fe、K、P、Zn、Mn、Sr）…… (22)
红毛菜　（Ca、Mg、Mn、Fe、Cu、Al、Si）…… (22)
菠萝　（Cu、Zn、Fe、Mn）…… (22)
竹笋　（Ca、Mg）…… (23)
猴头菌、香菇、麦饭石　（Pb、Cd）…… (23)
野果　（Se）…… (23)
1.6 海产品类 …… (23)
鱼肉　（Cd）…… (23)
鱼肉　（Cd）…… (23)
鱼肉　（Hg）…… (24)
鱼肉　（Hg）…… (24)
鱼肉　（Cu、Zn、Fe）…… (24)
鱼肉　（Pb）…… (24)
海产品　（Na、Mg、Al、P、Cr、Mn、Fe、Ni、Cu、Zn、As、Sr、Mo、Cd、Pb、Hg）…… (24)
鲸肉　（K、Na、Ca、Mg、Fe、Mn、Zn、Cu、Se、Ge）…… (25)
鱼骨粉　（Cr^{6+}、Cr）…… (25)
贝类　（K）…… (25)
海螺肉　（Se）…… (25)
牡蛎粉　（Se）…… (25)
贝肉　（Zn）…… (26)
贻贝　（多环芳烃）…… (26)
虾标样　（Sr）…… (26)

1.7 植物类 …… (26)
植物 （Ca、Cu、K、Mg、Mn、Zn、B、P） …… (26)
植物 （Ca、Fe、Cu、Mg、K、Zn） …… (26)
植物 （Cu、Zn） …… (27)
植物 （Fe、Mn） …… (27)
植物 （F） …… (27)
植物 （Hg） …… (27)
植物组织 （Mg、K、Na、Ca） …… (28)
植物组织 （Mo、Cr、Ni、Co、Cd、Sr、Ba、Li、Pb） …… (28)
植物、人发 （Pb） …… (28)
植物、动物、土壤 （Pb） …… (28)
草本植物 （Cu） …… (29)
泡桐树叶 （B） …… (29)
荔枝叶 龙眼叶 （B） …… (29)
桃叶、生物牛肝、牡蛎、西红柿、茶树叶 （Cu、Zn、Fe、Mn、K、Mg） …… (29)
香蕉叶 （Fe） …… (29)
酸桔叶子 （K、Na、Ca、Mg） …… (30)
1.8 肉及肉制品类 …… (30)
肉与肉制品 （As） …… (30)
肉与肉制品 （Cu） …… (30)
肉与肉制品 （Mg） …… (31)
肉与肉制品 （Zn） …… (31)
肉制品 （NO_2^-） …… (31)
肉制品 （NO_2^-） …… (32)
肉制品 （NO_2^-） …… (32)
猪肝 （V） …… (32)
动物肉 （Hg） …… (32)
1.9 罐头、乳制品类 …… (32)
罐头果汁 （Cu、Pb、Zn、Sn、Sb） …… (32)
罐头 （Sb、Bi） …… (33)
罐头 （Sn） …… (33)
磨菇罐头 （Sn） …… (33)
芦笋罐头 （As） …… (33)
乳酪 （Cu） …… (33)
人造奶油 （Cu、Ni、Pb） …… (34)
炼乳 （Pb） …… (34)
1.10 保健品及营养品类 …… (34)
保健品 （Ca、Pb、Fe、Cu、Zn、Mn） …… (34)
健脾益肾浸膏 （Cu、Zn、Mn） …… (34)
营养食品 （Cu、Ca、Fe、Zn、Mg、Mn、Sr） …… (35)
维生素及其它营养物 （K） …… (35)

蚂蚁　（Ca、Zn、Cu、Co、Fe、Ni、K、Pb）…… (35)
蚂蚁　（Ca、K、Na、Mg、Fe、Co、Mn、Ni）…… (35)
中华鳖大补膏　（Ca、Cu、Zn、Fe、Mn）…… (36)
丹参、红参、党参、苦参　（Cr）…… (36)
羟甲基甲壳素　（Cu）…… (36)
蜂蜜　（Cu、Fe、Zn、Mn、Mg）…… (36)
阿胶　（Hg）…… (36)
阿胶　（Pb、Cu、Cr、Cd、As、Sb、Sn）…… (36)
灵芝孢子粉　（Se、Ge）…… (37)
珍珠　（Si、Ca、Ag、As、B、Ba、Cd、Co、Cr、Cu、Fe、Mg、Mn、Mo、Ni、Pb、Zn、P、S、K）…… (37)
鲨鱼软骨　（Se、Fe、Zn、Cu、Mn、Mo、Ti、Sr）…… (37)
花粉　（Cu、Mn、Ni）…… (37)
舒仲花粉精　（Se）…… (37)
板栗叶　（Mn、Zn、Cu、Fe）…… (38)
人参　（Ge）…… (38)
西洋参　（K、Ca、Mg、Na、Fe、Al、Cu、Mn、Sr、Zn、Ni、Co、Mo、Se）…… (38)
绞股兰　（Na、Cu、Fe、Zn、Mn、Ca、Mg、K、Sr、Pb、Cd、Cr、As、Co、Ni、Mo、Ge、Se、Li、Sn）…… (38)
蒜头、茶叶、大米　（Se）…… (39)
大蒜素粉　（Sr、K、Mn、Cu、Zn、Pb、Ba、Co、Ca、Mg、Fe、Mo、Na、Al、Ti、Cr、P、B、V）…… (39)
大蒜、蓖麻、枸杞　（Ge）…… (39)
1.11　其它 …… (39)
豆油　（Cu、Fe、Mg、Ca、K）…… (39)
食用油脂　（Cu）…… (39)
植物油　（As）…… (40)
植物油　（Mg、Ca）…… (40)
膨化食品　（Cu、Zn、Mg、Fe、Ca、K、Na、Mn、Sr、Li）…… (40)
鸡蛋　（Cu、Pb、Cd）…… (41)
松花皮蛋　（Pb）…… (41)
糖　（Cr）…… (41)
白砂糖　（Cu、Pb）…… (41)
富铬酵母　（K、Fe、Zn、Cr、Cu、Mn、Co、Ba、Sr、V、Na、Mg、Ca）…… (41)
酵母　（As、Cd、Pb、Cu、Hg）…… (41)
酵素菌肥　（K、Ca、Mg、Cu、Fe、Zn）…… (42)
高蛋白棉仁粉（Se、As）…… (42)
食盐　（Cu、Zn、Fe、Cd）…… (42)
食盐　（Rb、Cs）…… (42)
参考文献 …… (42)
第 2 章　生物类 …… (47)
2.1　概述 …… (47)
2.1.1　血液的采集和处理 …… (48)

2.1.2　发样的采集与处理 …… (48)
2.1.3　尿样的采集与处理 …… (50)
2.1.4　脏器的预处理 …… (50)
2.2　一般生物样 …… (52)
生物样　（Cr、Cd） …… (52)
生物样　（Cr、Cd） …… (52)
生物样　（Hg） …… (52)
生物样　（La） …… (53)
生物样　（S） …… (53)
生物样　（Se） …… (53)
生物样品　（Se） …… (53)
生物样品　（Th、U） …… (54)
2.3　人发 …… (54)
人发　（As） …… (54)
人发　（Ca） …… (54)
人发　（Ca、Cu） …… (54)
人发　（Cd） …… (55)
人发　（Cd） …… (55)
人发　（Cd、Pb） …… (55)
人发　（Cu、Zn） …… (55)
人发　（Cu、Zn、Mn） …… (56)
人发　（Cu） …… (56)
人发　（Cu） …… (56)
人发　（Co） …… (56)
人发　（Co、Ni、Mn、Cr、Sn、As、Sr、Mo） …… (56)
人发　（Fe、Cu、Zn、Mg） …… (57)
人发　（Mn、Mg、Zn、Fe、Ca、Cu） …… (57)
人发　（Mn） …… (57)
人发　（Mn、Cr、Cu、Fe、Ni、Zn） …… (57)
人发、血清　（Mo） …… (57)
人发　（Mo） …… (58)
人发　（Mo、Cu、Fe、Zn、Mn、Se、Co、Cr、Ni、V） …… (58)
人发　（Pb） …… (58)
人发　（Pb） …… (58)
人发　（Se） …… (58)
人发　（Se） …… (59)
人发　（Sr） …… (59)
人发　（Sr 等 14 种元素） …… (59)
人发　（Zn） …… (59)
人发　（Zn） …… (59)
人发　（Zn、Fe、Cr、Mg） …… (60)

新生儿发　(Zn、Fe、Sr、Mg、Cd、P、Ni、Se、As、Mo、Cu、Mn、Al、Cr、Ba、S、Na) …… (60)
人发标样　(Y、La、Ce、Pr、Nd、Sm、Eu、Gd、Tb、Dy、Ho、Er、Tm、Yb、Lu) …… (60)
2.4 血液 …… (60)
全血　(Hg) …… (60)
全血　(Ca、Mn、Cr、Mg) …… (61)
全血　(Cu、Zn、Ca、Mg) …… (61)
全血　(Cu、Zn、Fe、Ca、Mg、Pb、Cd、Mn) …… (61)
全血　(Pb) …… (61)
全血　(Se) …… (62)
全血　(Se) …… (62)
全血　(Se) …… (62)
全血　(Se) …… (62)
全血　(Se) …… (63)
全血　(Si) …… (63)
全血　(Zn、As、Ba、Ca、Cu、Fe、Mg、Mo、P) …… (64)
乳牛全血　(Zn、Cu、Al、Cd、Fe、Ca) …… (64)
兔血　(K) …… (64)
血清　(Ca) …… (64)
血清　(Ca、Mg) …… (64)
血清　(Ca、Mg、Zn、Cu、Fe) …… (64)
血清　(Cd、Mn) …… (65)
血清　(Co) …… (65)
血清　(Cr) …… (65)
血清　(Cu、Zn、Mg、Ca) …… (65)
血清　(Cu) …… (65)
血清、红细胞　(Cu、Zn、Na、Ca、Mg) …… (65)
血清　(Ge、Sr) …… (66)
血清　(Mn、Cr、Co、Ni) …… (66)
血清　(Se) …… (66)
血清　(I) …… (66)
血清　(Pb) …… (66)
血清　(Se) …… (67)
血清　(Sn) …… (67)
血清　(Se) …… (67)
血清　(Sr) …… (67)
血清　(Sr、Al、As) …… (67)
血清　(Zn、Ge、Sn、Se、Hg、As、Sb、Na、S、K、Ca、P、Mg、Fe、Si、Cr、Ba、Be、Mo、Sr、Pb、Al、Cu、Ni、Ti、Co、Cd、V、Mn) …… (67)
血清　(Zn) …… (68)
新生儿血清　(Zn、Cu、Fe、Ca、Mg、Cr、Mn) …… (68)

胎盘血清　（Zn、Cu、Fe、Co、Ni、Mn、Cr、Mo、V、Cd、Sr、Pb、Al、Ca、Mg）…… (68)
动物血浆　（Mo）…… (68)
血浆　（Ca、Zn、Cu、Fe、K、Na、Mg）…… (69)
血浆、红细胞　（Ca）…… (69)
血浆、血球　（Zn）…… (69)
血浆　（稀土元素）…… (69)
人红细胞膜　（结合钙）…… (70)
红细胞　（Li）…… (70)
红细胞膜　（结合镁）…… (70)
红细胞膜　（Mg）…… (70)
红细胞　（Zn、Fe、Cu）…… (71)
耳血　（Cu）…… (71)
耳血　（Cu、Zn、Ca、Mg、Fe）…… (71)
耳血　（Zu、Ca、Fe、Cu）…… (71)
2.5 尿液 …… (71)
尿　（As）…… (71)
尿　（Cd）…… (72)
尿　（Cr）…… (72)
尿　（Hg）…… (72)
尿　（Hg）…… (72)
尿　（Hg）…… (73)
尿　（Hg）…… (73)
尿、全血、唾液　（Li）…… (73)
尿　（Mn、Cu、Ni）…… (73)
尿　（Sb）…… (74)
尿　（Sb）…… (74)
尿　（I）…… (74)
尿样　（U）…… (74)
尿液、血清和人发　（Zn、Cu）…… (74)
尿样、血　（V）…… (75)
尿样　（氨基多糖）…… (75)
兔尿　（Al）…… (75)
2.6 组织液 …… (75)
组织液　（Cu、Fe、Zn、Ca、Mg）…… (75)
组织液　（K、Na、Ca、Mg）…… (76)
组织液　（Se）…… (76)
体液　（Si）…… (76)
唾液　（Cu）…… (76)
唾液　（Pb）…… (77)
淋巴液　（Cu、Zn、Fe、Ca、Mg）…… (77)
2.7 脏器 …… (77)

一般脏器　（Cd、Cu、Zn、Pb、Mn、Ni、Fe、Co）…… (77)
小鼠脏器　（Al）…… (77)
小鼠脏器　（La）…… (77)
脏器及软组织　（Mn、Fe、Cu、Zn、Mg、K、Na、P、Cd、Sr、Ca、Cr）…… (78)
人体肝脏　（Mo）…… (78)
大白鼠脏器　（稀土元素）…… (78)
鼠肺组织　（Ca）…… (78)
动物脑组织　（Ca）…… (79)
猪肝脏、肾脏、猪肉　（As）…… (79)
猪肝　（Cd）…… (79)
猪肌肉、内脏　（Se、Cu、Zn、Fe、Mn、Co）…… (79)
牛肝　（Co、Ni、Cd）…… (79)
人肝癌组织　（Cd、Cr、Pb、Zn、Mg、Mn、Fe、Cu、Ni、Al、Mo、Be、Ti、V、As）…… (79)
人体脏器　（Ti）…… (80)
人体　（U、Th、Cs）…… (80)
胆管结石　（Ca、Na）…… (80)
胆结石　（Cd、Pd）…… (80)
胆结石　（Cu）…… (81)
胆结石粉　（Cu、Ca、Zn、Mg、Fe、Mn、Al、P、Na）…… (81)
胆结石　（Mn、Zn）…… (81)
胆结石　（Mn、Cu、Zn、Fe、Mg、Al、Ca、Ma、P）…… (81)
2.8 牙齿及骨骼 …… (81)
牙齿　（Cd、Pb、Zn、Ca）…… (81)
牙齿　（Mg、Zn）…… (82)
牙齿、骨　（Ba、Co、Mg、Mn、Ni、Pb、Sr、Zn、Fe、Cu、Ca）…… (82)
骨　（Sr）…… (82)
骨骼　（V、Cr、Cu、Mn、Ni、Zn）…… (82)
人骨　（^{232}Th、^{230}Th 及 ^{238}Th）…… (83)
骨化石　（Th、U）…… (83)
骨、血和尿　（V、Cu、Fe、Zn）…… (83)
动物骨骼　（Se）…… (83)
猪骨、猪牙　（稀土元素）…… (84)
指甲　（Pb）…… (84)
指甲　（Zn、Cu、Fe、Mn）…… (84)
趾甲　（Cd）…… (84)
鲍鱼壳　（Ti）…… (85)
2.9 其它 …… (85)
母乳　（Ca）…… (85)
人乳　（Cr、Cu、Fe、Mn、Se）…… (85)
人乳　（Zn、P、Bi、Sn、Fe、B 等 14 种微量元素）…… (85)
水晶体　（Al、Ca、K、Mg）…… (85)

蜂蛹　（Pb）…… (86)
肿瘤　（Zn）…… (86)
白内障、血液　（Se）…… (86)
水体　（微量蛋白质）…… (86)
痢疾菌液　（Hg）…… (87)
参考文献…… (87)
第 3 章　土壤类 …… (91)
3.1　概述 …… (91)
3.2　土壤类 …… (95)
土壤　（Al、Ca、Cu、Fe、K、Na、Mg、Mn）…… (95)
土壤　（B）…… (95)
土壤　（Cd）…… (95)
土壤　（Cd）…… (96)
土壤　（Co）…… (96)
土壤　（Cu）…… (96)
土壤　（Cu、Zn）…… (96)
土壤　（Co）…… (97)
土壤　（F）…… (97)
土壤　（Fe、Mn、Cu、Zn、Ni）…… (97)
土壤　（Fe、Al、Ca、Mg、K、Na、Zn、Mn、V、Cu、Ti、Cr、Sr、Ni、Ba、Ga、Li、Be）…… (97)
土壤　（Hg）…… (97)
土壤　（I）…… (98)
土壤　（有效 Mo）…… (98)
土壤　（Pb）…… (98)
土壤　（Pb、Cd）…… (98)
土壤　（Pb、Cd）…… (98)
土壤　（Pb、Ni、Cr、Co、Mo、Cd）…… (99)
土壤　（Pb、Cd）…… (99)
土壤　（Pb）…… (99)
土壤　（Zn）…… (99)
土壤　（Zn）…… (99)
土壤　（Zn）…… (100)
土壤　（可溶性硫酸盐）…… (100)
土壤　（多元素）…… (100)
土壤　（多元素）…… (100)
土壤　（稀土元素）…… (101)
土壤　（多环芳烃）…… (101)
3.3　其它 …… (101)
土壤及水系沉积物　（As）…… (101)
土壤岩石　（Sb）…… (101)
土壤岩石　（Te、Se）…… (101)

石灰性土壤　（有效态 Fe）…… (102)
沉积物土壤　（Ca、Na、Ti、Cu、Mn、V）…… (102)
沉积物土壤　（Cr）…… (102)
海洋沉积物　（Au）…… (102)
海洋沉积物　（Hg）…… (103)
沉积物　（Sn）…… (103)
污泥　（Cu）…… (103)
底质　（Cr）…… (103)
参考文献 …… (104)
第 4 章　环境类 …… (106)
4.1　概述 …… (106)
4.2　大气 …… (109)
大气　（Ag、Cd、Cu、Pb、Co、Ni、Mo、Mn、V、Sn、Al、Ar、Sb、Ti、Ba、Si、Se、Sr）…… (109)
大气　（Pb）…… (109)
空气、废气　（Pb）…… (109)
大气气溶胶　（Ca、Al、Mg、K、Na、Mn、Fe、Sr、P、Zn）…… (110)
大气粉尘　（Cd）…… (110)
大气粉尘　（Zn）…… (110)
大气　（间苯二酚）…… (110)
4.3　水 …… (111)
水　（Ag）…… (111)
水　（Al）…… (111)
水　（Al、As、Cd、Cr、Cu、Fe、Mn、Ni、Pb、Zn）…… (111)
水　（Al）…… (112)
水　（Al）…… (112)
水　（As）…… (112)
水　（As）…… (112)
水　（As）…… (113)
水　（B）…… (113)
水　（Be）…… (113)
水　（Cr、Ni）…… (113)
水　（Cu、Pb、Cd）…… (113)
水　（Fe、Mn）…… (114)
水　（Hg）…… (114)
水　（Ni）…… (114)
水　（Ni）…… (115)
水　（Se）…… (115)
水　（Se）…… (115)
水　（Sn）…… (116)
水　（Pb）…… (116)
水　（Te^{6+}、Te^{4+}）…… (116)

水　（V）……（116）
水　（V）……（116）
水　（W）……（117）
水　（二乙烯三胺）……（117）
雨雪　（Ag）……（117）
天然水　（Au）……（118）
天然水　（Li）……（118）
长江水　（Pb、Cu、Cd）……（118）
河水、污水、自来水、人工湖水　（Sb^{3+}、Sb^{5+}）……（118）
海水　（Pb、Cd）……（119）
海水、自来水、井水　（Yb）……（119）
海水、淡水、卤水　（Cd、Co、Cu、Fe）……（119）
海水、淡水、卤水　（Li）……（119）
海水、食盐　（I）……（119）
水、酒、海带提取液　（Cl^-、I^-）……（120）
4.4 废水……（120）
废水及清洁环境水样　（As）……（120）
废水和水　（As）……（120）
废水、河水、地下水　（Bi）……（121）
废水、河水、海水　（Cd）……（121）
废水　（Se）……（122）
废水、饮用水、天然水　（Se）……（122）
工业废水　（Cd）……（122）
工业废水　（Cu、Zn）……（122）
工业废水　（Ni）……（122）
工业废水　（Pb）……（123）
钢铁废水　（Bi）……（123）
污水　（Pb）……（123）
污水　（Zn、Cu、Ni、Cd）……（123）
4.5 饮用水……（124）
自来水　（Cu、Pb）……（124）
矿泉水　（Ca、Mg、Cd、Co、Cr、Ni、V）……（124）
矿泉水　（Li）……（124）
饮用水　（Pb、Ni）……（124）
饮用水　（Se）……（124）
自来水、河水、海水　（Cu）……（124）
自来水、果叶、河流底泥　（Sn）……（125）
自来水、河水、井水、溪水、水库水（硝酸盐氮）……（125）
4.6 固体废料……（125）
原煤　（As、Se）……（125）
煤　（Hg）……（125）

煤　（S）…… (126)
煤粉　（As、Be、Bi、Cd、Cr、Ge、Pb、Sn、Sb、Te）…… (126)
煤灰　（Ca、Sr）…… (126)
煤灰、污水、土壤、粮食、植物、人发　（Pb、Se）…… (126)
粉煤灰　（Co、V、Ti、Mo、P、Sr、Cu、Pb、Zn、Cr、Hg、Ba、Mn、Ni）…… (127)
尾煤　（Hg）…… (127)
树叶　（Pb）…… (127)
参考文献 …… (128)
第5章　轻工类 …… (130)
5.1　概述 …… (130)
5.2　化妆品类 …… (130)
化妆品　（Cd）…… (130)
化妆品　（Fe）…… (130)
化妆品　（Fe）…… (130)
化妆品　（Hg、As、Pb）…… (131)
化妆品　（Pb）…… (131)
化妆品　（Pb、As、Hg）…… (131)
化妆品　（Pb）…… (131)
明胶　（Fe、Cu）…… (132)
香波　（Hg）…… (132)
洗发液　（Pb）…… (132)
洗发香波　（苯酚）…… (132)
5.3　肥料及饲料 …… (132)
肥料　（B）…… (132)
肥料　（Ca、Cu、Fe、Mg、Mn、Zn）…… (133)
肥料　（酸性钙）…… (133)
肥料　（Mn）…… (133)
肥料　（Na）…… (133)
磷肥　（P）…… (134)
叶面肥　（Cd、Cu、Fe、Mn、Pb、Zn、Ca、Mg、P、K）…… (134)
饲料　（Ca）…… (134)
饲料　（Co）…… (134)
饲料　（Fe、Cu、Zn、Mg）…… (135)
饲料、食品　（Pb）…… (135)
饲料　（Se）…… (135)
饲料和饲料添加剂　（Zn、Cu、Fe、Mn、Ca、P）…… (136)
动物饲料　（Ca）…… (136)
动物饲料　（Cu、Fe、Mg、Zn、Mn）…… (136)
水貂饲料　（K、Na、Ca、Mg、Fe）…… (136)
润滑油添加剂（Ca、Ba、Zn、Mo、Mg、P、Fe、Cr、Cu、Mn、Ni、Pb、Si、Sn、Al、Ag、V）
…… (137)

5.4 催化剂类 …… (137)
催化剂　(Ca、Fe、Ni、Si、Na、Sb、P) …… (137)
催化剂　(Cr) …… (137)
催化剂　(Fe) …… (137)
润滑油添加剂　(Mg) …… (138)
催化剂　(Ni) …… (138)
催化剂　(Ni) …… (138)
钯/碳催化剂　(Pd) …… (138)
Al_2O_3 基催化剂　(Pt、Pd) …… (138)
催化剂　(Sb) …… (138)
铝基催化剂　(Fe、Cu、Ni、Zn、Pb、Mg) …… (139)
催化裂化原料油　(V、Cu、Fe、Na、Ni、K) …… (139)
催化剂　(Zr) …… (139)
净水剂　(Pb) …… (139)
5.5 油及油漆类 …… (139)
原油　(Cu、V、Fe、Ni、Pb) …… (139)
原油　(Fe、Ni) …… (140)
原油　(Ni、Co、V、Pb) …… (140)
油漆　(Pb) …… (140)
油漆　(Pb) …… (140)
油漆　(Mn　Co) …… (140)
油漆刮屑　(Pb) …… (141)
油　(V、Cr、Mn、Fe、Ni、Cu、Zn) …… (141)
5.6 金属材料及化合物 …… (141)
八氧化三铀　(Al、Ca、Cr、Cu、Fe、Mn 等 13 种元素) …… (141)
钨产品　(As、Al、Co、Cr、Mg、V、Cd、Ca、Cu、Fe、Mn、Ni、Sn、Mo、Ti) …… (141)
混合苯　(As) …… (142)
氯化钯　(As) …… (142)
磷酸　(As) …… (142)
硫化物　(Au) …… (142)
烧碱　(Ca) …… (142)
工业硅　(Ca) …… (143)
铝矾土　(Ca、K) …… (143)
参质钛酸钡单晶体　(Ce、Pr、Nd) …… (143)
三氧化二砷 (Cl^-) …… (143)
高纯硝酸银　(Cu、Fe、Pb) …… (144)
络合物　(Fe) …… (144)
工业硫酸　(Fe) …… (144)
碳化硅　(Fe、Al、Ti、Mg、Ca、K、Na) …… (144)
钨酸铅　(Fe、Cu、Mn、Co) …… (145)
氯锡酸铷、氯锡酸铯　(K、Rb、Cs、Sn) …… (145)

氟钽酸钾　（Nb）…… （145）
钛白粉　（Pb）…… （145）
PET 树脂　（Sb）…… （145）
聚丙烯　（Ti）…… （146）
聚合松香　（Zn）…… （146）
镀锌钢丝　（Zn）…… （146）
仲钨酸铵　（多元素）…… （146）
碳酸钙、碳酸锶、碳酸钡　（硝酸根）…… （146）
5.7　其它 …… （147）
聚丙烯树脂　（Al、Ti）…… （147）
羊毛　（Al、Ba、Cr、Cu、Hg、Sr、Sn、Zn）…… （147）
玻璃及粘土　（Al）…… （147）
烟叶　（烟碱）…… （147）
石英砂　（Al、Fe、Mn、Mg、Ca、Ti、Ba、Zn、Bi）…… （148）
石英砂　（Al、B、Ca、Co、Cu、Fe、K、Li、Mg、Mn、Na、Ni、Ti）…… （148）
石英容器　（Al、Fe、Ca、Mg、Zn、Cu、Sn、Cr、Mn）…… （148）
石脑油　（As）…… （148）
蜡烛　（As、Se、Cr、Ba、Pb、Cd）…… （148）
保偏光纤应力棒　（B_2O_3）…… （149）
工业硅　（Ca、Fe）…… （149）
玻璃纤维　（Ca、Mg、Al、Fe、Ti、Cu、Pb、As、Sb、Zn、Ni、P、La、Cr、Mn）…… （149）
餐具　（Cd、Pb）…… （149）
烟丝、烟叶　（Cd）…… （150）
非金属材料　（Cl^-）…… （150）
磷石膏　（Cu、Pb）…… （150）
合成橡胶　（Fe、Ca、Na）…… （150）
煤矸石　（Ge）…… （150）
重晶石　（Hg）…… （151）
锌锰电池　（Hg）…… （151）
涂料　（Hg）…… （151）
玻璃浸出液　（Li）…… （151）
乳胶　（Mg、Zn）…… （152）
玻璃胶浸出液　（Pb）…… （152）
头腊　（Pb、Cr、Cd、Ni、Co）…… （152）
石墨材料　（S）…… （152）
玩具材料涂料　（Sb、As、Ba、Cd、Cr、Pb、Hg、Se）…… （153）
感光涂料　（Si）…… （153）
萤石　（SiO_2）…… （153）
防污漆　（Sn、Cu）…… （153）
石膏、水泥　（SO_3）…… （153）
曲通　（Triton X－100）…… （154）

颜料　（W）……（154）
镉镍电池电镀液　（Zn、Cu、Fe）……（154）
杀菌剂　（水溶性铜）……（154）
半导体材料　（多元素）……（154）
烟草　（尼古丁）……（155）
纺织品　（萘胺、α－萘胺）……（155）
参考文献……（155）
第6章　岩矿类……（158）
6.1　概述……（158）
6.2　岩石类……（158）
岩石及沉积物标样　（Al、Fe、Si、Mn、Ni、Cr、Mo、V、Co、Mg、Zn、P、Cu）……（158）
岩石、土壤　（Au、Ag、Tl）……（159）
贵金属岩石矿物　（Au、Pd、Pt）……（159）
化探岩石　（Au）……（159）
岩石、地质物料、矿物、土壤、炉渣　（Ca、Ti、Mn、Fe等）……（159）
超基性岩石　（Cr）……（160）
石灰石　（Mg）……（160）
岩石　（Pb）……（160）
岩石　（Rb）……（160）
岩石矿物　（Rb）……（160）
岩石　（Rb）……（160）
岩石　（Se）……（161）
萤石　（SiO_2）……（161）
岩石　（Th）……（161）
岩石矿物、烟灰　（Ti）……（162）
6.3　矿石类……（162）
矿石标样　（Ag）……（162）
矿石矿物　（Ag）……（162）
矿样　（Ag）……（162）
铅矿石　（Ag）……（163）
铅精矿　（Ag）……（163）
岩矿石、金精矿（Ag）……（163）
锌精矿　（Al、As、Bi、Ca、Co、Cu、Hg、Mg、Mn、Ni、Pb、Sn）……（163）
多金属矿标准样品　（As、Hg、Bi）……（164）
铜精矿　（As）……（164）
铜铅锌矿　（Au）……（164）
金矿石　（Au）……（164）
锑金矿　（Au）……（164）
黄铁矿　（Au）……（165）
金矿石　（Au）……（165）
砂金　（Au、Ag）……（165）

矿石　（Au） …… (165)
矿石　（Au） …… (166)
矿石　（Au） …… (166)
岩矿样品　（Au、Ag） …… (166)
矿石　（Au） …… (166)
矿石　（Au） …… (167)
绿柱石　（Be、Si、Al、Fe、Ca、Mg、Ti、Mn） …… (167)
矿石　（BeO） …… (167)
铁矿　（Ca、Al、Mn、Cu、Ti、Si、P） …… (167)
铬铁矿　（Cr、Al、Fe、Si、Mg、Mn） …… (167)
粗铅、电铅　（Cu、Bi、Sb） …… (168)
铁矿石　（Fe） …… (168)
重晶石　（Hg） …… (168)
锌精矿　（Hg、As、Sb） …… (168)
铜精矿　（Ni） …… (169)
铅锌矿　（Pb、Zn、Cu、Fe） …… (169)
锌矿　（Pb） …… (169)
钒钛铁矿　（Si、Al、Ca、Mg、Fe、V、Ti、Mn、Cu、Co、Ni） …… (169)
钨矿　（Sn） …… (170)
矿石精砂　（W） …… (170)
矿石　（Yb） …… (170)
铜精矿及废料　（锇同位素） …… (170)
6.4 地质样品 …… (171)
地质样品　（Ag） …… (171)
金银地质标样　（Ag） …… (171)
地质样品　（Au、Ag、Ga、In） …… (171)
地质样品　（Au、Ag、Tl） …… (172)
地质样品　（Li） …… (172)
地质样品　（Pb） …… (172)
化探样品　（Ag） …… (172)
化探样品　（Pb） …… (172)
化探样品　（Sn） …… (173)
参考文献 …… (173)
第 7 章　冶金和钢铁类 …… (175)
7.1 概述 …… (175)
7.2 金属类 …… (176)
镍基合金　（As） …… (176)
碳钢、低合金钢　（Al、As、Co、Ni、Cr、Cu、Mn、Mo、P、Si、Sn、Ti） …… (176)
锆铀合金　（Al、Ca、Co、Cr、Cu、Fe、Mg、Mo、Mn） …… (176)
铝镁锗硅合金　（Al、Mg、Ge、Si） …… (176)
钛基复合材料　（Al、Zr、Si、Sn、Mo、Ta） …… (176)

镁锭　（Al、Fe、Cu、Mn、Si、Ni）……（177）
钯钡合金　（B）……（177）
镁合金　（Be）……（177）
硅钙合金　（Ca）……（177）
合金钢　（Cd）……（177）
合金钢　（Co、Ni）……（178）
铸铁　（Co）……（178）
硅铁合金　（Cr、Ca）……（178）
钢铁　（Cr）……（179）
金属铜及铜合金　（Cr）……（179）
钛合金　（Cu、Mn）……（179）
高温镍基合金　（Fe）……（179）
硅钙合金　（Fe、Al、Mn）……（179）
金属镨　（La、Ce、Nd、Sm、Dy、Al、Ca、Ti、Ta、Cr）……（179）
铝合金　（La、Ce、Pr、Nd、Sm）……（180）
铝合金　（高含量 Si）……（180）
铝合金　（Si）……（180）
铝锂合金　（Li、Cu、Mg、Mn）……（180）
合金钢　（Nb）……（180）
不锈钢　（Ni）……（181）
铅锑合金　（Pb）……（181）
钛基合金　（Pd）……（181）
合金　（Re）……（181）
锌合金　（Sb）……（182）
析出铅　（Sb）……（182）
铜基合金　（Se、Te）……（182）
碲铜合金　（Te）……（182）
铝合金　（Ti、V、Si、Fe、Mg、Zr、Mn）……（183）
铅合金　（Ti、Zn、V、Mn、Si、Fe、Mg）……（183）
铝合金　（Zn、Mn、Cu、Pb、Fe、Ti、Mg）……（183）
高温合金、单晶合金　（Zr）……（183）
金属镁　（Mn）……（183）
金属铅　（As）……（184）
精锡　（As）……（184）
黄金　（Cu、Fe、Ni、Cd）……（184）
高纯氧化钇　（Cu、Mn）……（184）
金属锶　（Cu、Fe、Mg、Ca、Ba）……（185）
纯银　（Cu、Fe、Ph、Bi）……（185）
硅粉　（Fe、V、Cu、Mn、Al、Sb）……（185）
纯锆　（Cd）……（185）
高纯铝丝　（Fe、Cu、Zn、Mn、Mg）……（185）

铁粉　（Co、Cr、Mn、Ni、Zn）……（186）
精锑　（Fe）……（186）
低级铌铁　（Nb）……（186）
炼锑　（Hg）……（186）
铸铁　（Mg）……（187）
铝黄铜　（Ni）……（187）
金属钛　（Pb、Zn）……（187）
金属铜　（Pb）……（187）
铅　（Sb）……（187）
纯铜、铜和金　（Sb）……（188）
纯钴　（Se、Te）……（188）
紫铜　（Se）……（188）
高纯锗　（Si）……（188）
硅铁　（Si、Al、P、Mn、Ca）……（188）
镁砂　（Si、Ca、Fe、Al、Ti）……（189）
锡和铜　（Sn）……（189）
钨粉、钨矿、钨精矿、钨合金　（W）……（189）
砷化镓　（Cr）……（189）
砷化镓　（In）……（189）
贵金属冶金物料　（Pd、Pt、Rh）……（190）
钢铁　（Bi）……（190）
钢铁　（P）……（190）
钢铁　（Cu、Cr、Ni、Mn、Si、P）……（190）
冶金标样　（V）……（191）
铁铷合金　（Nd、Al、Si、Mn、Cr、Mg、Zr、Ca）……（191）
钢铁标样　（V）……（191）
钢铁　（V）……（191）
高速钢　（V）……（192）
碳素铬铁　（P）……（192）
石油管材钢　（Pb）……（192）
7.3　金属氧化物……（192）
高纯氧化锗　（As）……（192）
氧化钴　（Co、Fe、Ni、Mn、Cu）……（192）
氧化钴、硫酸钴、钴标样　（高含量 Co）……（193）
高纯氧化钐　（Cu、Pb）……（193）
三氧化二铝　（CaO）……（193）
工业氯化锶　（Ca）……（193）
高纯氧化钐　（Fe）……（193）
氧化铝　（Na、K、Fe、Zn、Li）……（194）
氧化铝　（Pd）……（194）
高纯氧化铝　（Si）……（194）

铅阳极泥　（Te）…… (194)
磷铁　（Ti）…… (194)
锌及其化合物　（Ni、Ag、Cd、Al、Mn、In、Bi、Sb、Cr、Fe、Cu、Co、Sn、Pb、As）…… (195)
钨及钨化合物　（K、Na）…… (195)
磁铁精矿　（Ni）…… (195)
7.4 稀土元属 …… (195)
稀土　（Eu）…… (195)
多组分稀土　（Sm、Nd、Pr、Dy）…… (195)
高纯氧化铕　（稀土杂质元素）…… (196)
高纯 La_2O_3　（Ce、Pr、Nd、Sm）…… (196)
稀土氧化物富集样品　（La、Gd、Pr、Nd、Sm、Eu、Tb）…… (196)
氧化钐、氧化铕、氧化钆　（14 个稀土元素）…… (196)
二氧化锆　（Eu）…… (196)
铌、钽复合氧化矿物　（Al、Ca、Fe、K、Mg、Mn、Na、Nb、Pb、Sb、Ta、Th、Ti、U、W、Y、Zr）…… (196)
7.5 其他 …… (197)
分子筛催化剂　（Ba、Ca）…… (197)
焊尘　（Fe、Ni、Mn）…… (197)
磁化杯　（Pb、Cd、Fe）…… (197)
高纯阴极铜　（Pb、Bi、Sb）…… (197)
铂网废料　（贵金属 Pt、Pd、Ph、Ir、Au）…… (197)
炉渣　（Al_2O_3、MgO、CaO、TFe、MnO、P_2O_5）…… (198)
磁性材料　（Ba）…… (198)
磁性材料　（Sr）…… (198)
玻璃纤维　（Ca、Mg、Al、Fe、Ti、Cu、Pb、As、Sb、Zn、Ni、P、La、Cr、Mn）…… (198)
参考文献 …… (198)
第 8 章　药类 …… (202)
8.1 概述 …… (202)
8.2 西药类 …… (202)
西药　（非那西汀氨基比林咖啡因）…… (202)
西药　（伊帕司他）…… (202)
西药　（对氨基水杨酸钠）…… (202)
西药　（维生素 B_{12}）…… (202)
西药　（胰岛素）…… (203)
西药　（盐酸布比卡因）…… (203)
8.3 中药类 …… (203)
中药　（As）…… (203)
中成药　（As、Bi、Hg）…… (203)
中草药　（As、Sb、Se、Hg）…… (204)
中药　（As、Hg）…… (204)
中药　（Co、Fe、Cu、Zn、Sr、Mn、Ni、Cr、Mo、Pb）…… (204)

中药方剂煎煮液　(Cu、Li、Na、Be、Ba、Sr、Ca、Mg、Co、Ni、Zn、Mn、Cd、Fe、Cr、V) …… (204)
中草药　(Cu、Fe、Mn、Zn、Ni) …… (205)
中草药漏芦　(Fe、Mn、Cu、Ba、Sr、Cr、Al) …… (205)
中药、食品　(Ge) …… (205)
中药　(Mo) …… (205)
中药　(Mo、Ge) …… (206)
心灵丸　(Sn) …… (206)
中草药　(Sr) …… (206)
抗癌中药　(Zn、Cr、Mn、Fe、Cu、Sr) …… (206)
中药　(Zn、Cu、Mn、Se、Cr、Fe) …… (206)
潞党参　(Cu) …… (207)
枸橼酸铋钾胶囊　(Bi) …… (207)
枸杞子　(Li) …… (207)
蜂龄胶囊　(Se) …… (207)
活血化瘀中草药　(Se) …… (207)
海呋龙散　(呋喃西林) …… (208)
黄岑　(黄岑甙) …… (208)
华佗再造丸、大活洛丹、乌鸡白凤丸等26种中成药　(Hg) …… (208)
热痛灵注射液 …… (208)
连翘　(Cu、Fe、Zn、Mn、Ca、Mg、K、Sr、Co、Ni、Cr、Na、Mo、Ti、P、S、Sc) …… (208)
六味地黄丸　(As、Sb) …… (209)
片子癀　(Cr、Pb、Cd) …… (209)
梅花鹿　(Mg、La、Al、Fe、Ca、Ba、Ti、Mn、B、Mg、P、Sr、Cu、Zn、Si) …… (209)
蚯蚓　(Cu、Ni、Cr、Fe、Ca) …… (209)
参考文献 …… (209)

第9章　食品微生物类 …… (211)
9.1　概述 …… (211)
9.2　肉与肉制品 …… (211)
9.3　乳与乳制品 …… (211)
9.4　蛋与蛋制品 …… (212)
9.5　水产食品 …… (212)
9.6　清凉饮料 …… (213)
9.7　调味品 …… (213)
9.8　冷食菜、豆制品 …… (214)
9.9　糖果、糕点、果脯 …… (214)
9.10　酒类 …… (214)

第10章　微波消解技术 …… (215)
10.1　概述 …… (215)
10.2　微波消解样品的基本原理 …… (217)
10.2.1　微波与物质的相互作用 …… (217)
10.2.2　液体吸收微波的方式 …… (220)

10.2.3　固体吸收微波的方式 …… (222)
10.2.4　各种消解样品方法的比较 …… (222)
10.3　微波消解装置 …… (224)
10.3.1　密闭微波化学仪器技术级别和分类 …… (224)
10.3.2　聚焦微波消解技术 …… (226)
10.3.3　压力容器的材料和设计技术概述 …… (228)
10.3.4　结构设计及双重泄压机制的采用 …… (229)
10.3.5　实验室常规容器和材料的热力特性 …… (229)
10.3.6　微波压力容器的材料组成和相关理化指标 …… (230)
10.3.7　参数的定义和最新检测方法探讨 …… (230)
10.3.8　压力和温度传感技术 …… (230)
10.3.9　消解系统设计 …… (231)
10.4　微波消解方法 …… (232)
10.4.1　样品制备目标和原则 …… (232)
10.4.2　酸与样品分解 …… (233)
10.4.3　酸和混合酸的重要特性 …… (234)
10.4.4　微波消解酸选择的准则 …… (236)
10.5　微波消解方法实例 …… (237)
10.5.1　医学与生物样品 …… (237)
血液（人体） …… (237)
脑、肺组织（狗） …… (237)
发（人） …… (238)
骨 …… (238)
维生素和无机物（药）片剂 …… (239)
10.5.2　食品及食品制品 …… (239)
牛肉及腊肠制品 …… (239)
旗鱼组织 …… (239)
蛤和蚝酱 …… (240)
肝脏（NBS SRM 1577a） …… (240)
浓缩精制婴儿奶粉或大豆粉 …… (241)
小麦面粉（NBS SRM 1567） …… (241)
稻米粉末（NBS SRM 1568） …… (241)
水果酱和果肉（橘子和菠萝） …… (242)
酒（配制葡萄酒） …… (242)
玉米油 …… (242)
玉米淀粉 …… (243)
果糖 …… (243)
动物饲料 …… (243)
椰子 …… (244)
饼 …… (244)
大豆、蚕豆粉（48%蛋白质） …… (245)

大米、稻茎、稻壳、稻叶、稻根 …… (245)
醋制青豆 …… (246)
罐头蘑菇、枸杞子、洗面奶、甘草膏 …… (246)
螺旋藻类 …… (247)
茶叶（GBW 07605） …… (248)
中药（牛黄清心丸） …… (248)
10.5.3 环境与废水 …… (249)
废水（排放水或河川污水） …… (249)
废水（排放水或河川污水） …… (250)
废水 …… (250)
废水 …… (251)
酯纤维素滤纸 …… (251)
河沉积物（NBS SRM 1645） …… (252)
淤泥（EPA 消化城市淤泥、干燥） …… (252)
在醋酸纤维素滤纸中的碳微粒 …… (252)
乙烯基丙烯基系纤维 …… (253)
10.5.4 植物材料 …… (253)
柑桔叶子（NBS SRM 1572） …… (253)
蕃茄叶子（NBS SRM 1573） …… (254)
松树针叶（NBS SRM 1575） …… (255)
木材（黄松） …… (255)
灵芝 …… (255)
10.5.5 陶瓷和无机物 …… (256)
普通水泥（NBS SRM 633，635，636，637） …… (256)
硼硅（酸盐）玻璃纤维制品 …… (256)
二氧化钛（涂有铝土的） …… (257)
二氧化钛矿渣 …… (257)
（白）陶土（用水搅拌或烧成碳） …… (258)
硼 …… (258)
三氧化二铬 …… (258)
10.5.6 地质矿产 …… (259)
土壤 …… (259)
土壤（80 目） …… (259)
土壤 …… (260)
土壤（粒径 0.08mm） …… (260)
二氧化硅 …… (261)
铂铱矿石 …… (261)
镍矿石 …… (262)
冷却塔水垢 …… (262)
沸石催化剂 …… (262)
贵重金属矿石（Au、Ag、Pt、Pd） …… (263)

三氧化二铝（NBS SRM 699） …… (263)
干燥原煤 …… (264)
10.5.8 金属 …… (264)
氧化铁、锶铁 …… (264)
铁矿石 …… (265)
不锈钢合金 …… (265)
铜渣、铅渣、钢渣 …… (265)
镍铬合金 …… (266)
铅切屑 …… (266)
贵重金属悬浮物富集 …… (266)
五氧化铌 …… (267)
钢铁、合金 …… (267)
10.5.9 有机物和聚合物 …… (268)
乙酸纤维制品 …… (268)
有机色素 …… (268)
天燃油 …… (268)
油田钻泥浆 …… (269)
油（NBS SRM 1084，1085） …… (269)
70#90#汽油 …… (270)
聚乙烯 …… (270)
聚酯 …… (271)
ABS 塑料 …… (271)
聚丙烯、聚乙烯 …… (271)
环氧树脂石墨复合物 …… (272)
感光性树脂 …… (272)
残留油（NBS SRM 16346） …… (273)
防污漆 …… (273)
10.5.10 化妆品 …… (274)
化妆品粉类 …… (274)
香波 …… (275)
洗面奶 …… (275)
雪宝养颜宝典 …… (276)
10.6 样品分解时间与试剂容积 …… (277)
10.7 微波消解的安全 …… (281)
10.8 密闭容器中湿消化的安全方面 …… (282)
10.9 密闭容器基本操作常识 …… (283)
10.9.1 容器安装步骤 …… (283)
10.9.2 容器安全排气步骤 …… (283)
10.9.3 容器清洗步骤 …… (283)
10.9.4 最新硬件全面安全的可靠性探讨 …… (283)
10.10 结语 …… (284)

参考文献 …… (284)
第 11 章　实验安全与防护 …… (285)
第 12 章　附录 …… (287)
附录 1　无机试样制备方法汇总表 …… (287)
附录 2　原子量表 …… (306)
附录 3　单位换算系数表 …… (309)
附录 4　标准储备溶液的配制 …… (310)
附录 5　金属氧化物标准储备溶液的配制 …… (314)
附录 6　非水标准储备溶液的配制 …… (317)
附录 7　金属及金属化合物之间的换算系数表 …… (318)
附录 8　有机试剂简称与中文名称对照表 …… (332)
附录 9　各种酸浓度的换算表 …… (334)
附录 10　试剂的规格 …… (337)
附录 11　各种溶剂分解试样种类 …… (338)
附录 12　各种熔剂分解试样种类 …… (339)
附录 13　各种金属及合金的分解溶（熔）剂 …… (340)
附录 14　矿石的增压分解条件 …… (342)
附录 15　金属及其化合物的溶解方法 …… (344)
附录 16　缓冲溶液的配制 …… (345)
附录 17　部分微波产品简介 …… (347)
附录 18　元素周期表 …… (348)
展　望

第 1 章　食品类

1.1　概述

食品涉及多种物质，诸如谷类、薯类、淀粉、甜味类、糕点类、油脂类、鱼类、兽鸟、蛋类、乳类、蔬菜、水果、真菌、藻类、饮料、调料、香料、烹调食品等。由于包括品种繁多，而且形状各异，从固态到液态，所以采样也不大相同，样品制备或预处理当然也随测定的金属元素不同而异。

对固体样品，粉末状物要充分混合后再缩分。半液状物如糖饴、蜂蜜等物质经充分搅拌后再取样，如果上、下层颜色不同时，可在低于 50℃水浴中边加温边搅拌使样品均一化。有固定形状的食物，如饼干，小点心等可用小刀切成薄片，相间采样，混合均匀。油脂类，液体样品充分搅拌均匀，但像黄油类固体食品要经水浴软化后充分搅匀作为样品。籽和豆类与谷类，薯类制备方法相同，先用流水洗净粘在样品上的泥砂后，用滤纸吸去表面水份。薯类等要去皮的先去皮，再缩分，水分少的样品可以直接粉碎充分混合作为样品。内脏因不同脏器金属元素含量相差悬殊，应根据分析目的分类进行均一化。兽鸟类可将可食部分全部进行均一化。蛋类除蛋壳、充分搅匀。乳类，充分搅拌，粘性大的（如炼乳）可在水浴上边加热边搅拌混匀。蔬菜和水果因种类多，形状各异可参看表 1－1 的方法取样处理。蘑菇、藻类除去表面沙土和异物，用均化器使之均化，调料及香料类，参考上述方法处理。

鱼类及水产品如鲜鱼[1]、冻鱼、熏鱼、咸干鱼、罐装鱼、牡蛎、蛤、扇贝、熟鱼等水产品，在样品预处理过程中，为防止失水，采样量应尽量大些，加工粉碎后应立即装入不透气的容器中，如不能立即进行测定，应将样品冷冻以免某些部分分解。现分别叙述如下：

（a）新鲜鱼类：将鱼洗净，刮去鱼鳞，除去鱼头、鱼尾、鱼骨、内脏。但鱼皮留下，如果鱼体长≤15cm，采取 5－10 条，大鱼的采祥通常取 3 条以上的鱼，将每条鱼横切取出三块，每块宽约 2.5cm，第一块为胸鳍及后背，从第一块到肛门间取第二块，从肛门到后背为第三块，采集鱼肉及鱼皮通过绞肉机绞 3 次，将绞不碎的物质剔除，充分混合均匀，绞肉机的孔径应小至 1.5－3mm，软体鱼类还可以放入高速搅拌器中，搅拌数分钟，搅拌过程中应不断停下来，将粘到壁上的肉屑刮下来。

（b）罐装鱼类、贝类与其它罐装水产品：应将罐中的肉和液体全部倾入搅拌器，连续搅拌直至成为均质状态，或在绞肉机上连续通过 3 次。以大金属罐，将鱼肉放在 8－12 目筛网上，令液体流干，收集全部液体，称出鱼肉重量并量出液体容积，求出两者之间的比例关系，采样时既采集鱼肉又采液体，然后按已知比例混合，搅拌绞细，直至成为均质态。

（c）含油、酱、汤或水分的罐装水产品：将这类水产品置于 8 目筛网上，令液体流淌 2min，按上述（b）的手续分别求出固体重量与液体体积，液体可以单独检测，也可以与固体重新组合起来检测，水分一般弃去。

（d）含有盐或盐水的包装鱼类：首先放在筛网上流淌，弃去盐水。用饱和 NaCl 溶液冲洗包装袋上的粘附的盐类结晶，继续在筛网上流淌 2min，以下按手续（a）进行处理。

（e）熏鱼干或咸鱼干：按手续（a）进行处理。

（f）冻鱼：先在室温融化，弃去流淌的水分，然后①鱼片全部采集；②整鱼按手续（a）进行处理。

（g）牡蛎、蛤与扇贝以外的其它贝类：如果水产品带外壳，按下述（h）手续洗净，挑出可食部分，按上述（a）手续制备样品。

（h）带壳的牡蛎、蛤与扇贝：用可饮用水洗净外壳上的淤泥与灰尘，充分淌干。取牡蛎或蛤，置于洁净干燥的容器中，其量足以剥下 500mL（1 品脱）以上的净肉，捡出外壳，将剥下的肉移入撇乳器中，流淌 2min，以下按下述（i）和（j）手续进行。

(i) 去壳蛤或扇贝：按手续（a）制备样品。

(j) 出壳牡蛎：将其肉连同液体置于高速搅拌器中，搅拌 1 – 2min。

表 1 – 1　农作物分类及分析部位

农作物	分析部位	农作物	分析部位
稻米	糙米	芜青根、罗卜根	去洗、去泥沙后全部
燕麦、大麦、小麦、稞麦	脱壳麦粒、米粒	南　　瓜	去梗及籽后全部
小米、黍子、荞麦、稗子		甘蓝、白菜、莴苣、菘	去掉变质叶及茎后全部
玉　　米	去皮、须、芯后全部	黄瓜、菜瓜	去梗后全部
草　　莓	去蒂后全部	牛蒡、姜、胡萝卜、藕	轻轻洗去泥土后全部
梅子、樱桃	去果梗及核后全部	甜菜	
柿　　子	去蒂及籽后全部	茼蒿菜、荷兰芹、鸭儿	去根后全部
柚　　子	果实	芹（荷兰鸭儿芹）	去根和叶后全部
柚子的果肉	包括中果皮	元葱、葱	去外皮和根后全部
柚子的外果皮	去蒂后全部	辣椒	果实
广柑、八朔、蜜桔	去果皮后全部	西红柿、茄子、圆辣椒	去蒂后全部
其它柑桔	果实	菜　　花	去变质叶后全部
栗　　子	去皮后全部	菠　　菜	去红根、须根及变质叶后全部
西　　瓜	去果皮后全部		
甜瓜、香瓜	去果皮后全部	青豆角、青豌豆、毛豆	籽果（包括菜）
菠　　萝	去果皮及芯后全部	蚕　　豆	籽果
枇　　杷	去果梗及籽子后全部	甘薯、芋头、土豆、山药	轻轻水洗去泥垢全部
葡　　萄	去果梗后全部	小豆、菜豆、豌豆、蚕	籽果
桃	去果皮及核后全部	豆、方豆、落花生	
苹果、梨	去果核及蒂、梗后全部	甘　　蔗	去皮后茎部
芦　　笋	茎	茶	茶叶
芜青叶、萝卜叶	去掉变质叶后全部	啤酒花	干花

1.2 一般食品

食品（As、Se、Zn）

FAAS 法[2]

吸取 1.0mL 已消化好的样品液于清洁的 25mL 锥形瓶中，加 0.1mL $HClO_4$，在电热板上加热至出现过氯酸白烟，样品应完全消化至清亮，（实际上应无色）。若样品被炭化，应加 0.5mL HNO_3，再加热至出现白烟。最后应加热蒸至消化液刚干但又不结块，冷却，用 3mL $HClO_4$（1 + 99）溶解残渣。

若样品中 Zn 过高可用 $HClO_4$（1 + 99）稀释后再测定。

食品（As）

HG – AFS 法[3]

称取 1.000 ~ 5.000g 样品，置入 50 ~ 100mL 锥形瓶中。加 HNO_3 20 ~ 40mL，H_2SO_4　2.5mL，摇匀后放置过夜，置于电热板上加热消解。若消解液处理至 10mL 左右时，仍有未分解物质或色泽较深，稍冷，补加 HNO_3　5 ~ 10mL，再消解至 10mL 左右观察，如此重复两三次，注意避免炭化。如仍不能消解完全，则加入 $HClO_4$　1 ~ 2mL，继续加热至消解完全后，并持续加热至 $HClO_4$ 的白烟散尽，H_2SO_4 的白烟开始冒出。冷却，加水 25mL，再加热至冒 H_2SO_4 白烟。同时作试剂空白。用 1% 硫脲将消解液定容至 50.0mL[①②]。

注：①标准系列均含 H_2SO_4　5%、硫脲 1%。

②用本方法测定了大米、小麦、牛奶、菜油、明胶、大头菜、花粉中的砷。

食品（As、Hg）

GFAAS 法[4]

取试样 0.500g～1.000g 置于装有 PTFE 内衬的高压罐内，加入 1～2mL HNO_3 及 2～4 mL H_2O_2（酸用量以充分润湿样品为宜），浸泡过夜或于沸水浴中剧烈反应数分钟后，将消解罐盖压紧，不锈钢外套盖拧紧，放入烘箱中，由室温逐渐升至 160℃，维持 2～3h 后，冷却至室温，于通风厨中开启高压罐盖，用高纯水将罐内消解液洗至 25.0mL 容量瓶中，稀释至刻度，混匀。同时作试剂空白①。

注：①消解不同类样品所需的酸量、时间、温度见表 1－2。

表 1－2　消解不同类样品所需的酸量、时间、温度

名称	取样量（g）	$HNO_3 + H_2O_2$（mL）	时间（h）	温度（℃）	应用举例
粮食	0.5	2+2～5	3	160	小麦　面粉　小米
油	0.3～0.5	2+2～8	3	160	花生油　豆油
固体饮料	0.5	2+2	3	160	咖啡
肉及肉制品	0.5	1+4	2	150	鸡肉　虾　带鱼
茶叶	0.3～0.5	2+2～5	3	160	红茶
乳制品	0.5	2+2～5	3	160	婴儿及成人奶粉
酱类	0.5～1.0	1～1.5+0～2	2	160	蕃茄酱　芥茉酱
坚果炒货	0.5	2+2～5	3	160	开心果　杏仁
添加剂	0.5	1.5+2	3	160	蘑菇香精　粟胶
罐头	0.5～1.0	1+2～5	3	160	牛尾汤　罗宋汤

食品（As、Hg）

HG－ICP－AES 法[5]

HNO_3－王水消解：称取 0.500g 样品于全聚四氟乙烯密封消化罐中，加入 8mL HNO_3 或王水（HNO_3 + HCl = 3 + 1），加盖密封，放入微波炉内转盘上（可同时放 1－8 个），先在较低功率的 4、5、6 档间歇地（间隔 3min）各消解 10、20、30s 后，再在高功率 7、9、10 档连续各消化 2、3、5min，取出消化罐置于冰箱或冷水中冷却后，开盖，蒸发至小体积，转移至 25.0mL 容量瓶中定容并摇匀备用。

王水－$HClO_4$ 消化：称取 0.500g 样品于全聚四氟乙烯密封罐中，加入 6mL 王水，，1mL $HClO_4$，加盖密封，放入微波炉内转盘上，先在 3、4、5、档较低功率间歇地（间隔 3min）各消化 5.5－10 s，10 s①后在功率 7、8、10 档连续消化 2、3、5min。取出消化罐置于冰箱或冷水中冷却后，打开盖，蒸发至小体积，转移至 25.0mL 容量瓶中，以水定容待测。

注：①用微波炉消化样品，由于食品消化反应十分激烈，所以开始时必须用低功率并间隔进行加热，同时在最大功率下连续消化不可超过 5min。

食品（Cd、As、Pb、Se、Zn）

FAAS 法[6]

使用 70mL 容积的密闭消化器，固体样品不要超过厂家规定的 0.3g，新的或未试用过的消化器，使用时应仔细。容器中的样品可先加 HNO_3 放置过夜或于电热板上小心加热直到剧烈反应停止之后，再盖上盖，密闭消化，因为有 NO_2 逸出，应在通风橱内开启密闭器。

准确称取 0.3g 干样于清洁的消化容器中，加入 5mL HNO_3，拧紧容器盖，于 150℃烘箱中加热 2h。冷

却，从外套中取出内杯，将消化液转入 10.0mL 容量瓶中，加 4mL 水于容器内，盖上盖子，用手压紧盖子颠转容器数次，洗涤液并入容量瓶中，用水稀释定容并混匀。

取一定量的样品消化液于清洁的 50mL 圆形平底硅硼玻璃烧杯中，加入 1mL $Mg(NO_3)_2$ 溶液（75mg/mL）于电热板上低温蒸干，再加热至最高温度（约 375℃），将烧杯放入 450℃的高温炉中氧化含碳物质及分解过量的$Mg(NO_3)_2$（≥30min）。冷却，加 2mL 8mol/L HCl 溶解残渣，加 0.1mL 20% KI 还原 As^{5+} 为 As^{3+}，放置 2－3min，同时做试剂空白。

系列标准溶液：取 50mL 烧杯（类型与样品处理液相同）6 只，各加 2mL $MgCl_2$（37.5mg/mL），其中 5 只烧瓶分别加系列 As 工作液，使之成为 0、0.05、0.10、0.15、0.20、0.25mg。加 0.1mL 20% KI 混匀放置 2－3min。连接好氢化物发生器。

加入 2mL 4% $NaBH_4$ 于发生器的杯中进行氢化物发生，用原子吸收法测定 As。

Se 的测定同 As，但不加 KI。用小表皿盖上烧瓶，置于蒸汽浴上 10min，取下冷至室温，测定。

食品（Cd）

GFAAS 法[7]

准确称取混匀样品 1～2g，置于 25mL 比色管中，加入 5mL HNO_3，待剧烈反应后，置于沸水浴中，加热消解 2h，加 5 滴 H_2O_2 溶液，继续在沸水浴中加热消解，直至出现棕色气体时再补加 5 滴 H_2O_2溶液，如此反复进行，最后至近干，加 1 滴 1mol/L H_2SO_4溶液和 1mL 饱和草酸溶液，继续在沸水浴中加热 40min，取出放冷，补加水至 10mL 备用。

取消解后样品液 2.0mL 于 10mL 具塞比色管中，加 1mL 络合剂，振摇 50 次，放置 2min，加入 2.0mL MIBK 剧烈振摇 200 次，静置分层，取有机相 20μL 进行测定①。

注：①用本法测定了大米、面粉、土豆、海带、干柴草、苹果、大白菜中的 Cd.

食品（Cd）

分光光度法

准确称取 10g 糙米于 200mL 锥形瓶中，加 25mL 浓 HNO_3，放置过夜，使之充分浸泡成糊状，30～40℃下加热分解，逐渐升温，保持微沸状态（140～160℃）至剧烈反应停止。冷却至室温，沿瓶壁加 5mL $HClO_4$，继续加热至白烟冒尽，无色残渣呈白色为止，冷却，用少量蒸馏水溶解，过滤并转入 25.0mL 容量瓶中，加蒸馏水定容，摇匀，备用，量取适量滤液于 25mL 比色管中，加 2mL 10% 硫脲，按实验方法测定镉含量。

实验方法如下：

准确吸取 1.0mL 镉标准溶液于 25mL 比色管中，依次加入 2mL 1mol/L H_2SO_4 溶液，7ml 碘化钾溶液①，摇匀，静置 2 min，再加 5mL 1% PVA－124 溶液摇匀，沿管壁缓慢加 1.5mL 0.05% 罗丹明 B②，静置 1min 再慢慢摇动试液，用蒸馏水稀释至刻度，摇匀，静置 5min，用 1cm 比色皿在 620nm 波长处，以试剂空白为参比，测定吸光度。

注：①碘化钾溶液：20% 在溶液中加入适量抗坏血酸（使溶液中抗坏血酸的质量分数为 2%），防止碘离子被氧化，贮于棕色瓶中。

②罗丹明 B：0.05% 水溶液

食品（Cr）

GFAAS 法[8]

样品取可食部份粉碎后称取 0.500－1.000g 于高型烧杯中，加 1mL H_2SO_4，10mL 混酸（$HClO_4$ + HNO_3

=1+4），加3粒玻璃珠，盖上表皿放置过夜，次日置于电炉上加热消化，如酸液过少，可补加适当HNO_3，继续加热至无色透明（冒白烟）为止，待溶液蒸发至1～2mL时，取下冷却，用水将消化液转入25.0mL容量瓶中定容至刻度，摇匀备用。

食品（Fe、Mg、Mn）

FAAS法[9]

微量元素分析的样品制备过程中应特别注意防止各种污染。所用设备如是磨、绞肉机、匀浆器、打碎机等必须是不锈钢制品。所用容器必须使用玻璃或聚乙烯制品，做钙测定的样品不得用石磨研碎。湿样（如蔬菜、水果、鲜鱼、鲜肉等）用水冲洗干净后，要用去离子水充分洗净。干粉类样品（如面粉、奶粉等）取样后立即装容器密封保存，防止空气中的灰尘和水分污染。

样品消化

称取均匀样品干样0.500～1.500g（湿样2.000～4.000g，饮料等液体样品5.000～10.000g）于250mL高型烧杯，加混合酸消化液20～30mL，上盖表皿，置于电热板或电沙浴上加热消化。如未消化好而酸液过少时，再补加几毫升混合酸消化液，继续加热消化，直到无色透明为止。加几毫升去离子水，加热以除去多余的硝酸。待烧杯中的液体接近2～3mL时，取下冷却。用去离子水洗并转移于10mL刻度试管中，加去离子水定容至刻度（测钙时用2%氧化镧溶液稀释定容）。

取与消化样品相同量的混合酸消化液，按上述操作试剂空白试验测定。

食品（Hg）

循环富集－冷蒸汽AAS法[10]

称取1.000g经匀质的样品于消解试管中，加0.04g V_2O_5，5mL HNO_3，置试管于自控电热消化器的加热孔中，放置过夜。定温于70℃，待反应开始后取下，加入2mL H_2SO_4，一经激烈反应过后，定温于140℃，加热至试液澄清，待NO_2消失，取下，加入5mL水，继续加热约30min，驱赶氮氧化物。取下，冷却，加水5mL，摇匀。以$KMnO_4$饱和溶液调至紫红色后数分钟不变，用盐酸羟胺溶液（2%）调至紫色褪去，定容至20.0mL，摇匀后进行测量。随作试剂空白。用本法测定了芝麻粥、红枣茶、甲鱼神力源，红小豆、色拉油等。

本文使用自制的富集装置，使汞蒸气经闭路循环，富集于镀金铜丝上，再加热释放随氮气进入石英池，以AAS进行测定。

食品（K、Na、Ca、Mg、Cu、Zn、Fe、Mn）

FAAS法[11]

粮食、豆类首先除去杂质和尘土，用粉碎机粉碎；蔬菜、水果、肉及海产品类洗净凉干，取可食部分制成匀浆。

准确称取粮食2g，蔬菜、水果约10g，肉、海产品等约5g，含水份多的饮料约15g。将样品置于锥形瓶中，加3粒玻璃珠、10mL HNO_3+HClO_4混酸（4+1）放置过夜，次日置电热板上加热消化，如酸液过少，可适当补加HNO_3，继续加热至冒白烟。待液体体积近1mL时，取下冷却，用水转移至50.0mL容量瓶中，并稀释至刻度，摇匀备用。

食品（Pb）

FAAS法[12]

对于水溶性染料，准确称取1g试样于25.0mL容量瓶中，用水稀释至刻度。混匀待测。

对于非水溶性染料，准确称取3g试样4份，分别置于200mL烧杯中，用加入法进行分析，于三个烧杯中分别加入10、20和30mg/mL Pb［Pb（NO_3）$_2$的0.005 mol/L　HCl溶液］，在第四个烧杯中加入相同体积的水，缓慢且小心地加入20mL HNO_3 + $HClO_4$（1+3）混酸于每个烧杯中（注：快速倒入混酸时会使反应激烈，而且将引起试样溢出烧杯）。将烧杯放在电热板上蒸干，从电热板上取下并立即用少量水冲洗杯壁。转移试液到150mL锥形瓶中，加5mL 1%（W/V）抗坏血酸，加入5mL 1%（W/V）DDDC二甲苯溶液，充分振荡，用经硅树脂处理过的Whatman L－Ps相分离滤纸进行分离，有机相待测。

食品（Pb、As）

GFAAS法[13]

称取1.000g样品于150mL三角烧瓶中，加0.2mL基体改进剂（2% Ni（NO_3）$_2$·6 H_2O）和10mL HNO_3，于电热板上加热至体积约为3mL时，再滴加30% H_2O_2和HNO_3直至消化完全。冷却后，用蒸馏水稀释至10.0mL摇匀备用。

食品（Pb、Cd、Cu）

GFAAS法[14]

称取0.500－1.000g匀质样品于30mL聚四氟乙烯坩埚中，用HNO_3（5%）润湿后加5－10mL　HNO_3浸泡30min，根据样品种类加入HF　5－15滴，H_2O_2　0.5～1.0mL，加盖密封，拧紧不锈钢外套于150～160℃下烘4.5 h，取出冷却室温，于电热板上赶走氮氧化物，蒸至近干，加HNO_3（5%）加热至近沸，直至得到澄清试液，吸取消化液50.0mL（或者100mL）在容量瓶中用去离子水定容，摇匀待测。

食品（Pb、As、Cd、Cu、Ni、Fe、Zn、Ca、Hg、Se）

GFAAS法[15]

称取固体样品0.300～0.500g（最大称样量不大于1.000g），液体样品取2.5－3.5mL于100mL消化罐中，分别加入HNO_3 2.0～8.0mL，浸泡10min，加入2.0～3.0mL，H_2O_2浸泡0.5h后，将消化罐放入微波炉中。首先在低功率（250W）消解5.0～10.0min，消解后将消化罐从微波炉中取出，置于水中冷却30min后，开罐，转移至容量瓶中，定容，待测。

食品（Pb）

HG－AAS法[16]

取适量试样于250mL平底烧瓶中，用HNO_3 + $HClO_4$（9+1）缓慢消化至近干，取下，冷却。用2% HCl洗清并转移至100mL容量瓶中，加入30%　铁氰化钾15mL，用2%　HCl定容至刻度，混匀，放置2 h后待测。

食品（Pb、As）

HG－AAS法[17]

测铅样品的处理：准确称取样品2～3g（准确至0.001g）于30mL坩埚中，在可调电炉上低温灰化完全，不冒烟为止，移入马弗炉中于500℃下，灰化6h，灰化完全后，加（1+1）HNO_3　0.20mL溶解灰分，用石英亚沸蒸馏水洗涤坩埚，并将洗涤液移入50.0mL容量瓶中，加入100g/L铁氰化钾溶液2mL，浓盐酸0.25mL，稀释至刻度。放置1h后测定，同时做试剂空白。

测砷样品的处理：准确称取样品2～3g（准确至0.001g）于150mL锥形瓶中，加入混合酸20mL、（1+1）H_2SO_4硫酸2mL，放入几粒玻璃珠，瓶口插入小漏斗，放置过夜。次日于电热板上加热消解至溶液为无

色或淡黄色为止。最后蒸发至 1～2mL，全部移入 25.0mL 容量瓶中，再加入 2.5mL 混合预还原液，再加入 2.5mL　HCl，用石英亚沸蒸馏水定容于刻度，放置 1 小时后测定，同时做试剂空白。

食品（Pb　As　Cu）

微波消解 AAS、AFS 法[18]

准确称取混匀样品 0.2～1g 于微波消解内罐中，加入 3～4 mL　HNO_3 和 0.5mL H_2O_2，将消化罐拧紧后，对称放置于微波炉内，按表 1－3 实验参数进行消解。加热结束后，把消化罐从微波炉内取出，冷却至室 温后，在通风橱内打开消解罐，将消化液转移至 25.0mL 容量瓶中，用蒸馏水少量多次洗涤消化罐，洗涤液并入容量瓶中，并用水定容至刻度，待测。同时做空白实验①。

表 1－3　微波消解实验条件

程序	升压功率（W）	运行时间（s）	保持时间（s）	控制压强（kpa）
1	500	300	150	600
2	650	300	200	800
3	400	200	200	200

注：①样品消解一般选择分三步消解，开始时应只加 30～40% 的功率，以保障安全。随后可加大功率，增高压强，便于消解样品。最后一步要逐渐给系统降压、降温。在整个过程中，要时刻注意监视控压系统，如有异常，应立即停止工作，并可随时调整消解参数。

食品（Pb、As）

HG－FAAS 法[19]

1. 测铅样品的处理：准确称取样品 2～3g（准确至 0.001g）于 30mL 坩埚中，在可调电炉上低温灰化完全，不冒烟为止，移入马弗炉中于 500℃下，灰化 6h，灰化完全后，加（1＋1）HNO_3　0.20mL　溶解灰分，用石英亚沸蒸馏水洗涤坩埚，并将洗涤液移入 50.0mL 容量瓶中，加入 100g/L　铁氰化钾溶液 2mL，HCl　0.25mL，稀释至刻度。放置 1h 后测定。同时做试剂空白。

2. 测砷样品的处理：准确称取样品 2～3g（准确至 0.001g）于 150 mL 锥形瓶中，加入混合酸①20mL、（1＋1）H_2SO_4　2mL，放入几粒玻璃珠，瓶品插入小漏斗，放置过夜。次日于电热板上加热消解至溶液为无色或淡黄色为止。最后蒸发至 1－2mL，全部移入 25mL 容量瓶中，再加入 2.5mL 混合预还原液，再加入 2.5mL HCl，用石英亚沸蒸馏水定容至刻度，放置 1h 后测定，同时做试剂空白②。

注：①混合酸：$HNO_3 + HClO_4 = 4 + 1$

②用本方法测定了出口咸牛肉罐头，咸羊肉罐头、冻猪肉、番茄酱罐头中的 Pb 及 As。

食品（Sb）

AFS 法[20]

固体样品称取 0.200－2.000g，液体样品取 2.000－10.000g（或 mL），置于 100mL 消化容器中（锥形瓶），加入 $HNO_3 + HClO_4$（4＋1）混合酸 5－10mL，然后加入 H_2SO_4　1～2mL，摇匀浸泡，放置过夜。次日，置于电热板上加热消化，至消化液呈淡黄色或无色（如消解过程色译较深，稍冷补加少量 HNO_3，继续消解），加入 20mL 水，再继续加热至消化液到 0.5～1.0mL 为止。冷却，用少量水定量转入 25.0mL 容量瓶中，加 HCl（1＋1）2.0mL，硫脲（20g/L）＋KI（10g/L）2.0mL，用水稀释至刻度，放置 30min 后测定。

食品（Se）

GFAAS[21]

准确称取一定量样品于 50mL 锥形瓶中，加入 5～10mL HNO_3，瓶口加盖表面皿，在沙浴中控温消化，温度控制在 140℃（因 Se 及 Se 的化合物挥发性较高，温度高于 160℃时就有损失），待样品消化完全后，冷却加 1mL $HClO_4$ 继续控温加热，一直到 $HClO_4$ 白烟大量出现，取下冷却，水洗表皿和瓶壁，控温蒸去多余的酸至糊状，用定容至 10.0mL 比色管中，采用标准加入法测定。先用微量进样器吸取 20μL 钯① 溶液入石墨炉中，干燥后再加试样及抗坏血酸。

用此法可测定海皇素、海味素、牡蛎粉、绿叶参茶、仙草茶、吸生草、百草元营养包等食品。

注：①钯及抗坏血酸为基体改进剂。

食品（Se）

GFAAS

准确称取 0.2－1.0g 样品于溶液杯中，加 5mL HNO_3，放在沸水浴中预消解 20min，冷却后（如分析含有高脂肪、高蛋白质的富硒食品，需加 0.5－1.0mL $HClO_4$ 帮助消解）盖紧溶样杯盖，再将溶样杯放入消解罐中，旋紧消解罐盖，置入微波溶样系统内，设定加热时间为 6min，逐级提高罐内压力至 3 档（1.5Mpa），待样液呈无色或淡黄色后，移至容量瓶中，用去离子水稀释至刻度（定容体积视食品中硒含量而定），同时作试剂空白①②，待测。

微波消解程序：由于食品中的蛋白质、脂肪含量比一般样品的含量都要高，因此在微波消解之前最好将放有样品和 HNO_3 的溶样杯置于沸水浴中，进行预消解，分解掉一部分蛋白质和脂肪，以免微波溶样时反应激烈瞬间压力过高，使罐内高压气体从安全孔释放，造成硒元素流失，影响测定。

注：① 氧化剂的选择：消解食品样品常用的氧化剂有 HNO_3、$HNO_3 + HClO_4$；

② 由于考虑到采用分析纯 H_2O_2 可能引入较高的空白值，而 H_2SO_4 对石墨炉原子吸收法测硒产生干扰，分解食品样品时反应激烈，在密闭及快速升温的消解过程中有一定的危险性。本实验选择优级纯 HNO_3 作为氧化剂。如遇到含有高脂肪、高蛋质的富硒食品，在消解样品时适量加些优级 $HClO_4$ 帮助消解。

食品（Sn）

FAAS 法[22]

准确称取 20g 样品于 800mL 凯氏瓶中，用少量水洗涤瓶颈内壁，加 3－4 粒玻璃珠（或均沸片），60mL HNO_3，20mL H_2SO_4，中温加热至沸，继续煮沸至冒大量白烟，若溶液变黑，加 10mL HNO_3 重新加热至冒白烟，可重复操作直到溶液清彻无色或黄色为止。调低加热温度，立即加水约 60mL，足以使溶液沸腾（不能使溶液溅出），煮沸浓缩冒白烟，取下烧瓶，重复加水和煮沸出现白烟，停止加热，冷却，用 2 份 10mL 水转移消化液到 100mL 容量瓶中。加 5mL 饱和 NH_4Cl 溶液样品完全冷却后，仔细加 50.0mL 甲醇①，溶液冷至室温后，用水定容混匀待测。

注：①加甲醇时勿使溶液升温过高，必要时可在水中冷却。

食品（Sn）

苯基荧光酮法[23]

取适量样品于高型烧杯中加入 5mL H_2SO_4 和 10～20mL HNO_3，在电热板上缓缓加热。当激烈反应结束后徐徐升温，分解有机物。当溶液开始变黑时，从电热板上取下烧杯，加入 3～5mL HNO_3，再次加热分

解，当未完全分解时可重复此步骤。直到试液成为无色透明或淡黄色为止。然后在煤气灯上冒 H_2SO_4 白烟，使之分解完全。冷却后，加 10mL 饱和草酸铵溶液①，继续加热至白烟冒尽。冷却后加入 10mL HCl（1+1）冷却至室温，并移至 50.0mL 容量瓶中定容，摇匀待测。同时带空白试验（Sn 含量在 0.008～0.1mg）。

分别取 20.0mL 上述溶液于 50.0mL 容量瓶和 100mL 烧杯内，往烧杯中的溶液加水到 50.0mL，加几滴 0.05%溴酚绿指示剂，用氨水（1+1）滴定，记录中和消耗氨水量。

往容量瓶的溶液中滴加 0.3%高锰酸钾溶液使溶液呈微红色，放置 5min 对 Sn 进行氧化。加入约 0.1g 抗坏血酸②，反复摇动混匀，还原过剩的高锰酸钾和铁。加入 5mL 柠檬酸～盐酸溶液和氨水（1+1）。氨水（1+1）的加入量与前步骤中和所耗的氨水（1+1）量相同。加入 5mL 0.5%聚乙烯醇溶液③和 5mL 0.01%苯基荧光酮，振摇混匀后加水到刻度，放置约 20min。取部份该溶液于比色杯内，以试剂空白溶液为参比，在 510nm 波长处测定吸光值。

注：①加入草酸铵溶液是为了消除亚硝酰化合物、H_2SO_4、NO_2 等的干扰

②抗坏血酸为干扰抑制剂

③聚乙烯醇溶液为分散剂

食品（Zn）

FAAS 法[24]

采集经混合、搅匀或研磨方法制备有代表性的样品。

（1）湿法：准确称取小于 10g 的样品①，置于 300 或 500mL 凯氏瓶中，加 5mL　HNO_3，小心加热使剧烈反应消失，加 2mL　H_2SO_4，继续加热，少量多次加入 HNO_3 直至溶液无色继续加热到冒 H_2SO_4 白烟及 HNO_3 被赶出去。冷却，用 20mL 水稀释，用快速滤纸过滤（滤纸预先洗涤），滤液滤入 100mL 容量瓶中，用水定容。混匀。

（2）干灰化法：准确称取样品小于 10g（含 Zn 25～100μg）于铂皿中，在红外灯下炭化，并在≤525℃灰化至无炭（慢慢升高炉温，以免燃烧）盖上表皿将灰分溶于少量 HCl（1+1）中，加入 20mL 水在蒸汽浴上蒸发近干，加 10mL　0.1mol/L　HCl，继续加热 5min，用快速滤纸滤入 100mL 容量瓶中。每次用 5～10mL　0.1 mol/L　HCl 洗涤铂皿和滤纸数次，冷却，用 0.1 mol/L HCl 稀释定容。混匀待测。

注：①含 Zn　25～100μg

食品（Zn、Cu、Fe）

FAAS 法[25]

凡能洗涤的食物（除面粉和奶粉外）均用去离子水冲洗干净，晾干；称 2.000g（蔬菜和水果称 5g）的样品，加 HNO_3 20mL 与 $HClO_4$ 5mL，密封室温放置过夜；在锥形瓶上放一小漏斗，于电热板缓慢加热消化，待消化液呈无色透明或微黄色后，移入容量瓶，以去离子水稀释至 25.0mL（Zn，Fe 有些样品需再稀释 5 倍），待测。同时做空白试验。

1.3 粮食类

粮食（Cd、Co、Ni）

GFAAS 法

将粮食样品用蒸馏水洗净后，在105℃下烘干，称取5.000g，用（5+1）$HNO_3 + HClO_4$ 在沙浴上加热分解至澄清，消解液用（1+100）的 HNO_3 定容在50.0mL的容量瓶中，用微量注射器取10μL分别注入石墨炉原子化器中，测定Cd、Co、Ni的含量①。

注：①用本方法试验了晋祠大米，运城小米及玉米等粮食样品。

粮食（Cu）

吸光光度法

准确称取粮食（大米或面粉）2g于石英坩埚中，加入 HNO_3 蒸干，再逐渐加入 H_2O_2 至溶液澄清为止，蒸干，加水并继续加热，驱除 H_2O_2，冷却，用水定容至50.0mL，移取适量样品溶液，加入混合掩蔽剂①2mL，3mL HAc－NaAc缓冲溶液②，2mL DBONPE溶液③，2mL OP乳化剂溶液，每加一试剂均需摇匀，以水定容，摇匀，放置10min，以试剂空白为参比，于590nm处测定吸光度④。

注：①混合掩蔽剂：5.0g/L NH_4F 溶液及10g/L焦磷酸钠溶液2mL，掩蔽 Al^{3+} 及 Fe^{3+}。

②HAc－NaAc缓冲液：用量2.0～4.0mL溶液pH值可保持在5.5。

③DBONPE为显色剂。

④水样分析：取水样2L，加入3mL HNO_3 和1mL HCl，加热消化后，取适量样液按上述方法进行操作。

粮食（Pb、Cu、Cd）

巯基棉富集－**FAAS** 法[26]

称取经80℃烘干并磨碎过0.5mm筛孔的粮食样品10.000g，于50mL瓷坩埚中，用 H_2SO_4（1+1）润湿并小心炭化后，置于马弗炉内500℃灰化，至灰分呈灰白色或浅白色，加2mL HNO_3（1+1），于电炉上微热使灰分溶解，过滤于100mL三角瓶中用约50mL水洗涤坩埚，在溶液中加1滴0.1‰ 对硝基酚，用2mol/L NaOH调至黄色，再用0.1mol/L HNO_3 调至恰好无色（pH≈5.5），以5～10mL/min流速通过巯基棉吸附柱，溶液加水定容至10.0mL，摇匀，用FAAS法测定。

粮食（Te）

阳极渗出伏安法[27]

称取0.200g左右的小麦粉或玉米粉，加入5mL混酸（$HNO_3 + HClO_4 + H_2SO_4 = 20 + 20 + 1$）加热消化蒸发至近干，冷却，加入0.5mL H_2SO_4 蒸发至近干，冷却后加入少量水转移入100mL容量瓶中，加入0.5mol/L LiCl 8mL，用水稀释至90mL左右，再以 H_2SO_4 或LiOH调节酸度为pH 2，以水定容同时带空白实验。

取处理好的样液及空白液5.00mL于干电解池中测定，样液按测定方法用标准加入法进行测定。

米粉（Ca、Fe）

FAAS 法[28]

称取5.000g米粉加2mL HCl，5mL HNO_3，加热分解，在将近碳化时，加入10mL HNO_3，5mL $HClO_4$，

继续加热至白烟冒尽后，加入 5mL 6mol/L HCl 后冷却，用蒸馏水定容至 50.0mL。空白溶液与试样处理相同。

米粉（Fe、K、Zn）

FAAS 法[29]

称取 5.000g 米粉，加 2mL H_2SO_4，5mL HNO_3 加热溶解。碳化前加入 10mL HNO_3 继续加热溶解。冒 SO_3 白烟时，再加入 5mL 6mol/L HCl，冷却后用水定容至 50.0mL，摇匀，备用，同时做空白试验。

米粉（Hg）

HG – AAS 法[30]

称取 3.500g 米粉，加 1g $KMnO_4$、1mL H_2SO_4、5mL HNO_3 加热分解。当 $KMnO_4$ 的颜色消失后，再加 1g $KMnO_4$ 继续加热至 $KMnO_4$ 的颜色完全消失后冷却，用水定容至 200mL。用氢化物发生 – AAS 测定。

米粉（Mo）

GFAAS 法

称取米粉样品 1.000g 于 100mL 烧杯中，加入少量水润湿，加 10mL HNO_3，放置 1h，在电热板上小心加热至小体积，加 1mL $HClO_4$，蒸至冒白烟取下，冷却后用水转移至 25mL 比色管中，加 1mL $CaCl_2$①定容，摇匀，备用。

注：①加入 $CaCl_2$ 作为基体改进剂。

米粉、面粉（Pb）

FIA 在线萃取 AAS 法[32]

分别称取 2.500g 面粉、米粉样品于烧杯中，加入少量水润湿后，加 10mL（1 + 1）HCl，5mL HNO_3，摇匀，放置 2h，然后加 0.5mL $HClO_4$，于低温电热板上加热至冒尽 $HClO_4$ 白烟，冷却（若出现黄色，再补加 1mL HNO_3），移入 25mL 比色管中，再加入 2mL HCl（1 + 1）稀释至约 15mL 后，加入 5mL KI①，稀释至刻度，摇匀，流动注射在线液 – 液萃取②（用 MIBK），火焰原子吸收法测定面粉、米粉中的 Pb③。

注：①KI 的浓度为 20%。

②萃取圈长度为 2.5m，萃取时间为 80s，水相与有机相流速比为 90:4。

③用此法测出 Pb 值与 GFAAS 法一致。

米粉、面粉（Pb）

GFAAS 法[33]

称取 0.0200g 样品于 10mL 具塞比色管中，用少量水润湿，加入 1mL 10%磷酸二氢铵①并加水定容至刻度，摇匀，放入沸水中加热 2.5min，停止加热后立即摇匀，待冷却后补加 0.01mL HNO_3，摇匀，移入自动进样器的进样杯中，待测。

注：①磷酸二氢铵为基体改进剂。

大米（Cu）

缝管 FAAS 法[34]

将大米研碎，放置烘箱中烘干。准确称取样品 2g 于消化器中，滴加 8mL HNO_3，2.5mL $HClO_4$，混匀，密闭容器，置于烘箱中 150℃消化 1 ~ 2h，冷却，将消化液转入 100mL 烧杯中。在电炉上加热蒸发至冒

$HClO_4$ 白烟，加 6mol/L HCl 2.4mL，转移溶液于 10.0mL 容量瓶中，用水定容保持溶液的酸度为 1.4mol/L。

大米、面粉、豆类、蔬菜、大枣、水果（Cu、Zn、Fe）

FAAS 法

除去面粉不能洗涤之外，其余食物样品均用水冲洗干净，晾干。准确称取 2g 左右（蔬菜、水果称 5g）的样品加入 20mL HNO_3 与 5mL $HClO_4$，密封于室温下放置过夜。在锥形瓶上放一小漏斗，于电热板上缓缓加热消解，待试样溶液呈现无色透明（或微黄色）后，移入容量瓶，以水定容至 25.0mL（有些样品如 Zn、Fe 需再稀释 5 倍），摇匀，待测。

大米及稻子（Sm、La、Ce、Pr、Nd、Eu、Gd、Tb、Dy、Ho、Er、Tm、Yb、Lu、Y）

微波溶样 ICP－MS 法[36]

称取 0.300g 干燥样品（稻根、稻茎、稻叶、稻壳及大米），置于微波炉消解罐内，加入 3mL HNO_3和 1mL H_2O_2，把内罐放入外罐内，加盖密封后，置于微波炉内。第一步骤升压功率 600W，运行时间 300s，保持时间 220s 控制压强 600Kpa，第二步骤升压功率 800W，运行时间 400s，保持时间 300s，控制压强 1000Kpa，第三步骤升压功率 400W，运行时间 200s，保持时间 180s 控制压强 200Kpa，按此三步骤微波消解 15min，冷却后，消化液转至 10.0mL 容量瓶，加入 40mL 2.5mg/mL Re 作内标液，用 1% HNO_3 定容至 10.0mL，用此法消化样品可使样品完全消解，获得清亮透明的稻子样品溶液，同时带空白样随同样品平行操作。

小麦叶片（K）

FAAS 法[37]

将采集的小麦叶片用植物切碎机搅成泥状，快速称取 10.000g 样品置于 250mL 塑料瓶内，准确加入 100mL 1mol/L HCl，盖紧瓶盖，在 20～25℃室温条件下，用往复振荡器提取 4h，用快速滤纸过滤。将滤液收集于塑料瓶内，待测。

移取 1.0～5.0mL 待测和空白样品，分别置于 100mL 容量瓶内，再分别加入 2mL 5% CsCl 溶液用水定容，摇匀，待测。

小麦制粉（Pb、Zn、K、Na、Mg、Fe、Mn、Cu、Cd、Cr、Ni、Co、P）

FAAS、GFAAS 法[38]

将小麦样品适当筛选，除去杂质，粉碎混合均匀，过 40－80 目筛；

准确称取预处理的样品 0.5g 或 1g。置于长 300mm、直径 20mm 的硼硅玻璃管中。用 2～3mL 去离子水润湿，再加入 6～8mL HNO_3 及 1mL $HClO_4$，摇匀、浸泡，放置过夜。次日置于电热消化炉上，进行低温消化（80℃左右）待大量黄烟冒完后，升温到 160℃左右，使之微沸，直至有机物完全碳化，溶液呈黄色或无色为止。稍冷后，用少量去离子水冲洗管壁，继续加热驱赶硝酸，待溶液体积约为 0.5mL 时，停止加热（同时作一空白），冷却后用去离子水定容，定容体积为 10.0 或 25.0ml；

Zn、K、Na、Mg、Ca 用 FAAS 测定。Fe、Mn、Cu、Cd、Cr、Ni、Pb、Co、P 用石墨炉原子吸收法测定。

小米（Se）

GFAAS 法[39]

先将小米烘干，碾细。准确称取 1.0g 小米，加入尽量少的 HNO_3 和 $HClO_4$（3 + 1）混酸消化，用稀硝酸（1%）稀释至 25.0mL 容量瓶中。为消除粘度、表面能力不同而产生的干扰，采用标准加入法，配制含标准 Se 0、20、40、80ng/mL（μg/L）的溶液，绘制工作曲线。

豆类样品（Mo）

催化分光光度法

将干红豆、绿豆、黄豆和黑豆研成粉，于 110℃烘干后，分别准确称取 0.5g 置于瓷坩埚中，在电炉上碳化至无烟，移入马弗炉于 500℃灰化后，用稀盐酸微热溶解，再加入等量稀 NaOH 溶液，用水定容至 100mL 后测定。

麦芽粉（Se、Ge）

GFAAS 法[40]

准确称取 0.2 – 0.5g 样品于高压溶样器中，加 5mL HNO_3，1mL H_2O_2（30%），在 150℃恒温箱中放置 5h，冷却后取出聚四氟乙烯罐，在 80℃水浴中蒸至近干，用水溶解并定容，摇匀。测锗时加入基体改进剂 1mg/mL　Pd + 2mg/mL　Ni 溶液 5mL，测定 Se 时加 Pd 作基体改进剂，使用热解涂层平台石墨管作原子化器。

苦荞复合挂面（V、Cr、Cu、Mn、Se）

GFAAS 法[41]

准确称取适量样品，置于烧杯中，加入混酸（$HNO_3 + HClO_4 = 5 + 1$）10mL（按每克样品计），将烧杯放在电热板上，缓慢升温，分解有机物。重复上述操作直至消化液成为无色透明时为止。加热蒸至近干，冷却后用 1%　HNO_3 溶解，并定容至 10.0mL 容量瓶中，摇匀备用。

大米粉、脱脂奶粉（Zn）

钙黄氯素镧荧光法[42]

分别称取脱脂奶粉标样（GBW　08509）1.000g 和大米粉标样 2.000g（GBW　08502）于瓷坩埚中，置于电炉上炭化 0.5h，再置于 550℃马弗炉中灼烧 4h，取出冷至室温，用 1mL HCl（5mol/L）溶解白色沉淀，分别转移到 100mL 容量瓶中，以水稀至刻度后摇匀。移取 1.0mL 样品溶液，加入 0.5mL　NaOH（0.1mol/L）溶液中和至中性。对于大米样品溶液还需要加入 0.40mL KF（1%）水溶液，放置 5min 后进行测量，同时测定试剂空白的荧光强度。

测量方法：在 10mL 比色管中，吸取上述溶液，并依次加入 1.50mL 钙黄绿素镧工作溶液，0.5mL CTMAB 溶液和 0.5mL 缓冲溶液①（pH = 6.0），以水稀至刻度后摇匀，放置 30min，于 350nm、440nm 测定荧光强度。

注：①缓冲溶液（pH = 6.0）称取 2.5g 硼酸；加入少量水溶解，再加入 2.7mL H_3PO_4 和 2.4mL 冰醋酸，加水稀至 1L，取一定量的该混合溶液，用 0.1mol/L 的 NaOH 调至溶液的 pH 值为 6.0。

1.4 酒及饮料类

饮料（Cu、Cd、Fe、Zn、Mn、Mg）

FAAS 法[43]

取酒 100mL 倒入 500mL 高型烧杯中，加热蒸发至浆状，慢慢加入 20mL H_2SO_4，加热浓缩炭化。炭化不完全时可反复炭化 2－3 次。炭化后加入少量 HNO_3 加热。溶液呈现黑色时再加入少量 HNO_3，加热反复操作一直到溶液呈淡黄色，至其中的有机物全部分解为止。加酸过程中要注意防止溢出杯外。将处理好的溶液转移到 100mL 容量瓶中，用蒸馏水稀释到刻度，摇匀备用。

饮料（Pb）

共沉淀富集－**FAAS 法**[44]

将 Pb 标准溶液 0、0.5、1.0、2.0、3.0、5.0mL 放入 6 个 25mL 分液漏斗中，加水稀至 100mL，然后加入 2mL 硝酸镁溶液（15%），再滴加 2mL NaOH（20%），振摇 1min，放置 1h。打开漏斗下面的旋塞将沉淀放入离心管中，离心，弃去上层清液，将沉淀溶于 1.0mL HNO_3 中，用水稀至 10.0mL，摇匀，用火焰原子吸收测定。

取样品 100mL，调节至中性，然后按上述方法操作，同时进行原子吸收测定。

果汁饮料（Sn、Sb）

FAAS 法[45]

取约 200mL 果汁饮料，以 3000r/min 离心 10min，使纤维素沉淀，取上层清液 100mL 于 250mL 三角瓶内，在控温电炉上低温蒸发（不要沸腾）。当蒸发至糖浆状时，加入 15mL H_2SO_4，瓶口盖上一只漏斗，浸泡过夜，次日在控温电炉上加热消化样品，如果样品中含糖量高可补加 5mL H_2SO_4，并滴加约 10mL HNO_3，继续消化，直到棕色气体消失，溶液变清并冒白烟为止，冷却后，用水转入 100mL 容量瓶中，定容，摇匀，过滤，同时制备空白溶液，待测。

野生白刺果汁（K、Na、Ca、Mg、Cu、Zn、Fe、Mn）

FAAS 法[46]

采集成熟的野生白刺果实，用水冲洗掉表面泥沙及污染物质，放入不锈钢压榨机中，压榨出果汁混合物质，备用。

取上述白刺果上浮物质 3.0mL，放入石英烧杯中，加入混酸（$HNO_3 + HClO_4 = 5 + 1$）25mL，放置过夜。然后，在电热板上消化至 1mL 左右，用水冲洗烧杯数次，过滤定容，待测。

冷饮（Pb）

FAAS[47]

称取 5.000g 样品于 50mL 三角烧瓶中，加 5mL HNO_3，置电炉上加热消解，待消解液蒸至约 0.5mL 左右，取下放冷，移入 50.0mL 容量瓶中，加入 15mL 乳化剂①（15%）用水稀释至刻度。

汽水直接取样 5mL 于 50.0mL 容量瓶中，加 0.5mL HNO_3，乳化剂 OP（15%）15mL，用水稀至刻度。混匀，待测。

注：①乳化剂：从十二烷基磺酸钠（SDS）、吐温－20、8－羟基喹啉、溴化十六烷基溴化铵（CTAB）、Triton X－100、4.4－四甲基二氨基－二苯基甲烷、铬天青 S（CAS）、聚乙二醇辛基醚（乳化剂

OP）8 种增感剂中的试验发现，乳化剂 OP 对 Pb 的增感效果最好，可增感 36.8%，而铬天青 S（CAS）则为 0%。增感效果依次为：乳化剂 OP > Triton X - 100 > SDS > 4.4 - 四甲基二氨基 - 二苯基甲烷 > 吐温 - 20 > CTAB > 8 一羟基喹啉。

天然饮水（Ag）

FAAS 法[48]

采集的水样加入 HNO_3（0.15%）保存。取此水样 50.0mL，加 HNO_3 使其浓度为 2%，加热浓缩至 1mL，移入 10mL 比色管，用水定容至刻度。

当水样中 Ag 的浓度高于 0.05mg/L 时，可直接进行测定。

本法也适用于矿泉水、井水、饮用水。在样品浓缩过程中不宜蒸干，否则 Ag 会损失。水样在电炉上加热，冷却，转移至 50.0mL 容量瓶中，用水定容，备用。

矿泉水（As、Se）

HG - AAS 法

固体样品用去离子水洗净，于 80℃下烘干，将试样于磁研钵中磨成粉末或用不锈钢剪刀剪碎，储于塑料瓶内，保存于干燥器内备用。

称取固体样品 6.000 - 8.000g 置于 250mL 锥形瓶中，加入 20mL 混酸（$HNO_3 + HClO_4 = 2 + 1$）浸泡过夜，次日将其置于电热板上低温加热，为防止样品炭化应不断补充混酸，直至溶液呈亮黄色。待棕红色浓烟赶尽后，提高温度继续加热至冒白烟。此时溶液逐渐变为淡黄色或无色，冷却，加入 10mL HCl（1 + 9），加热至冒白烟。此步骤已将 Se^{6+} 还原成 Se^{4+}，把 As^{5+} 还原为 As^{3+}，冷却至室温后，转移至 25.0mL 容量瓶中，测量 Se 时加入 1mL　10%的 EDTA，测 As 时加入 1mL　20%　KI 溶液，并以 2mol/L　HCl 稀释至刻度。备用。

若为液体样品时，可量取 100mL 样品，蒸发至 20mL。

矿泉水（Ca、K、Na、Mg）

FAAS 法[49]

如果矿泉水含沙泥，可以过滤后备用。量取 5.0 - 50.0mL 矿泉水于 100mL 容量瓶内，加入 2mL 5%氯化铯溶液，用水定容，摇匀待测。此溶液用以测定 K、Na。

量取 5.0 - 50.0mL 矿泉水，置于 100mL 容量瓶中，加入 2mL 5%氯化镧溶液，用水稀至刻度，摇匀以此液测定 Ca 及 Mg。

矿泉水（Cu、Zn、Fe、Mn）

萃取 FAAS 法[50]

取 100mL 矿泉水置于 250mL 分液漏斗中，加入 5mL 15%酒石酸溶液，摇匀。以溴酚兰作指示剂，用 1mol/L HNO_3 和 1mol/L NaOH 调节 pH 为 2.2 ~ 2.8（溶液由兰色变成黄色），加入 2.5mL 2% APDC 溶液，混匀。加入 10mL MIBK，振荡 2min，静置分层，弃去水相，用脱脂棉过滤到 10mL 具塞试管内，待测。

矿泉水（Ge）

HG - FAAS 法[51]

吸取 10.0mL 样品，加入 5mL 柠檬酸铵缓冲液①，5mL KBH_4（3%）和 N_2 或 Ar_2，将 GeH_4 载入石英电热原子化器。

注：①用柠檬酸铵－氨水缓冲液控制 pH 值，因 Ge 的 pH 范围值要求较窄，以控制在 pH > 4 为好。

汽水（Zn、Cu、Fe）

FAAS 法[52]

准确吸取汽水 50.0mL 于 250mL 锥形瓶中，在电炉上缓缓加热至沸，蒸发至近干。加入 16mL HNO_3 和 4mL $HClO_4$ 于电热板上小心加热，消解至近干，冷却，用 H_2O 溶解并转移至 50.0mL 容量瓶中，用 H_2O 洗锥形瓶三次，洗液并入容量瓶中，用去离子水定容，摇匀，备用。

茶叶（B）

荧光分光光度法[53]

称取 1.000g 的茶叶或淀粉，分别放入瓷坩埚内，加入 HNO_3（1 + 1）硝化后，加入 $HClO_4$ 加热至冒白烟，蒸干，用蒸馏水浸取，加 HCl（6mol/L）几滴，溶解残渣，然后移至 100mL 容量瓶中，用水定容。

取上述试液 1mL，于 25mL 比色管中依次加入 2.0mL 5－FASA－I①、5.0mL pH = 6.73 的缓冲溶液②，以水定容，于 λex/λem = 234nm/380nm 处，测溶液的荧光强度。

注：① 5－FASA－I：为合成新试剂。

② pH6.73 缓冲剂：磷酸氢二钠—磷酸二氢钾。

茶叶（Cu、Ni）

FAAS 法[54]

确定合适的称样量，使试液中 Ni≥0.05μg/mL，但应≤10μg/mL。茶叶通常称样 3g，速溶茶称样 6g，称样时准确称量。

茶叶采用湿法灰化法：准确称取样品置于 400mL 烧杯中，加入 100mL HNO_3 旋转混合。盖上表皿，反应 10min，然后于电热板上蒸发至近干。冷却，加 50mL HNO_3，如消化未完全，再加 10mL $HClO_4$，继续加热至溶液清亮为止。

将上述灰化清液转入 50.0mL 容量瓶中，稀释、定容（沉积在瓶底的 $KClO_4$ 结晶不干扰测定）。

茶叶（Cu）

悬浮进样－**FAAS 法**[55]

取适量样品，挥去杂物，于 75～85℃烘干 2h，粉碎，过 160 目筛。

准确称取过筛样品 1g 左右于 25 mL 比色管中，管内预先装有少量琼脂溶液。振动样品润湿并浮起，再用琼脂定容，剧烈振动 2min 即可 得均匀的悬浮溶液。将此悬浮溶液轻轻振动 10～30s，吸取 4.00mL 5 份分别于 25.0mL 容量瓶中，依次加入 10～50μg 标准 Cu^{2+}，再加入 1mL 琼脂溶液，用水定容，振动 1min。将各溶液倒入干燥烧杯中，置于电磁搅拌器上，在搅拌的情况下喷入火焰，空白为 25mL 体积中含琼脂液 1mL。连同试液同时测定①。

注：①应经常清除预混合器内残留的茶叶及燃烧器缝内的积炭。

茶叶（Cr、Ni）

FAAS 法

准确称取 1.000g 茶叶于 30mL 塑料烧杯中，加 20mL HNO_3 和 0.5mL $HClO_4$，加盖放置过夜，次日于电热板上加热消化至白烟冒尽，再加入 2mL 6mol/L HCl 加热溶解残渣，溶液清亮后，移入 10mL 比色管中，以蒸馏水稀释至刻度，摇匀，待测。

茶叶（Cd）

平台 **GFAAS** 法[56]

称取样品 0.200g 置于瓷坩埚中，在电热板上低温加热，炭化，待烟冒尽炭化完全后移到马弗炉内，550℃下加热，3h 后，冷却取出加入 2mL HNO_3，0.5mL $HClO_4$，加热至冒白烟，使溶液呈现无色透明为止。冷却后移入 10mL 比色管中，用 0.5% HNO_3 定容至刻度。放置，取上层清液测定。

在用平台石墨炉测定 Cd 时，加入 0.2mg/mL　$PbCl_2 + 0.2Mg(NO_3)$作基体改进剂。

茶叶（Mg 、Ca、Fe、Cu、Zn、Ni、Sr）

ICP – AES 法[58]

准确称取 1.0 g 茶叶样品于高压密封罐中，加入 10mL　HNO_3（GR）浸泡一天，在烘箱中 140℃温度下加热消化 4h，冷却后将消化液转移到 50mL 小烧杯中蒸发至近干、移入 25.0mL 容量瓶中，用微量注射器加入 1.000g/mL Cd 标准溶液 250μL①。加水至刻度混匀。以与校准曲线的同样的仪器条件上机分析②。

注：①加入 Cd 作为内标。

②前处理方法筛选 选择 4 种茶叶（红楼花茶、津福花茶、宁红保健茶、龙延甜茶）作为样品，分别用①　高压密封硝化罐消化 ②　20% HNO_3 浸泡　③　3% HNO_3 浸泡三种方法消化后，上机分析。结果（以红楼花茶为例）见表 1 – 4，用高压密封硝化罐消化方法最好，其它两种方法的测定值只相当于高压硝化罐法的 50 % ~ 80 %左右。

表 1 – 4　三种消化方法的测定结果（mg/kg）

方法	Mg	Ca	Fe	Cu	Zn	Ni	Sr
高压罐	1453	3014	141	15.3	32.5	3.18	13.7
20%硝酸浸泡	1216	2502	117	12.7	26.0	2.60	11.4
3%硝酸浸泡	1133	2175	101	11.0	2.34	2.22	9.89

茶叶（Mn、P）

ICP – AES[59]

称取茶叶 0.200g，加入 2mL HNO_3，浸泡过夜后，在可调温度的电炉上加热，保持微沸，待溶液完全透明后，调高温度和加热至近干，然后滴加几滴浓高氯酸，再加热，待白烟冒尽后，取下冷却，用少许的 2% HNO_3溶解后，转移到 100mL 容量瓶中定容摇匀待测。

茶叶（Mn）

催化光度法[60]

称取 1.000 g 茶叶样品于 100mL 烧杯中，加入 10mL　HNO_3 并在电炉上低温加热，待溶液变清后加 25mL $HClO_4$，继续加热至冒白烟，蒸至近干。冷却后残渣用少量水溶解，转移至 100mL 容量瓶中，加水约 50mL，用 NaOH 调至中性，加水稀释至刻度。取适量试液，加入 1.0mL　0.08mol/L　NaF。

茶叶（Pb）

FAAS 法[61]

称取 1.000g 茶叶样品于 300mL 塑料烧杯中，加 20mL HNO_3 和 0.5mL $HClO_4$，加盖放置过夜，次日于电热板上加热消化至白烟冒烟，再加入 2mL 6mol/L　HCl，加热溶解残渣，溶液清亮后，移入 10mL 比色管中，以水稀释至刻度，摇匀，待测。

茶叶（Pb）

HG－FAAS 法[62]

称取均匀茶叶磨碎样品 1.000g 于 50mL 瓷坩埚中，在 200℃电热板上完全炭化至烟冒尽，移入高温炉在 500℃下灰化 4h。残渣用 2mL 6mol/L HCl 消解，在电炉上小火热熔至透明状，移入 50.0mL 容量瓶中，用水定容摇匀备用。同时作空白试验。

茶叶（Pb、Cd）

平台 GFAAS 法[63]

称取经磨碎、过 40 目筛的茶叶样品 0.250g 于聚四氟乙烯密封增压消解罐中，加少许水润湿，加入 5mL HNO_3，1mL $HClO_4$，混合均匀，加盖密封。同时做空白，将消解罐置于微波炉中，按程序用 100%能量消解 5min，停 10min，用 50% 能量消解 5min，停 10min；用 50%能量再消解 5min，停 10min，进行消解。取出消解罐，置于冷水浴中冷却，在通风橱中开启密封盖，将溶液转移至 25mL 比色管中，以水定容至刻度，摇匀，待测。

茶叶（Ni、Cr）

FAAS 法[65]

称取 1.000g 茶叶于 300mL 塑料烧杯中，加 20mL HNO_3 和 0.5mL $HClO_4$，加盖放置过夜，次日于电热板上加热消化至白烟冒尽，再加入 2mL 6mol/L HCl 加热溶解残渣，溶液清亮后，移入 10mL 比色管中，以蒸馏水稀释至刻度，摇匀，待测。

茶叶（Se）

AFS 法[66]

将风干粉碎过 40 目筛的茶叶样品，称取 0.500g 左右于 250mL 锥形瓶中，加入 10mLHNO_3－$HClO_4$ 混酸①，在瓶口处置一弯小漏斗，放置过夜，次日置于电热板上加热消化，如酸少可适量补加，加热至冒白烟，至体积 2mL 左右（切不可蒸干）取下冷却加入 5mL HCl②再置于电热板（或电炉）上加热至冒白烟，当溶液清亮无色时取下，冷却，转移到予先加有 1.5mL 铁氰化钾溶液③的 25.0mL 容量瓶中，用水定容，摇匀待测。

注：①混酸 $HNO_3 + HClO_4 = 4 + 1$（V/V）

②HCl 浓度为 10%

③铁氰化钾溶液 10g/L

茶叶（稀土元素）

ICP－AES 法[67]

称取烘干、碾碎的茶叶样品 1.000g，置于瓷坩埚内，在电炉上使样品充分碳化，待无烟后，移入马弗炉中，升温至 600±20℃，灰化 3～4h 后取出冷却；加 2mL HNO_3湿润灰分，蒸干后再移入马弗炉内，600±20℃ 灰化 3h，取出冷却后，加 2mL 6mol/L HCl，2 滴 3% H_2O_2 溶解，蒸干；冷却后再用少量 6mol/L HCl 溶解，转入 25.0mL 容量瓶中，定容，摇匀（溶液最终酸度为 5% HCl V/V），静置有少许沉淀产生，取上层清液待测。

雪茶、山珍品、地耳、鸡枞菌（Ca、Mg、Zn、Cu、Fe、Cr、Mn、Co）

ICP – AES 法[68]

样品采摘自云南玉宝山的雪茶、鸡纵菌、地耳、蕨菜、荷叶等 5 种山珍鲜样品，经清洗、干燥、研碎后准确称样，放入高压溶样罐中，加入 3 ~ 4mL HNO_3 和 2mL H_2O_2，拧紧罐盖放入微波炉中，用 500W（档）加热 5min 后取出，置于冰箱低温保存，20 ~ 30min 后将试液倒出，用 HNO_3（5%）洗涤内罐，转移至 10.0mL 容量瓶中，定容待测。

啤酒（Al）

GFAAS 法[69]

将瓶塞启开，取一洁净的小烧杯，倒入约 30mL 啤酒，置超声波振荡器中振荡脱气（20 ~ 25℃）直至无气泡产生。用去离子水将啤酒稀释 3 倍，即可进行测定。

白酒（Cu、Zn、Fe、Mn）

FAAS 法[70]

取 100mL 白酒样品于 250mL 三角瓶内。在水浴上蒸发至近干，加入 20mL　$HNO_3 - HClO_4$（5 + 1）在控温电热炉上消化，当棕色气体消失并冒浓白烟时，取下冷却，补加 2mL　HNO_3 继续消化，再冒白烟为止。这时溶液变清，用水定容至 50.0mL，摇匀（有沉淀时需过滤）同时带空白溶液，待测。

啤酒新原料黑米（Fe、Mn、Zn）

FAAS 法[71]

称取黑米粒和脱黑皮后的米粒各 0.500g 分别置于高压密封消化罐中，加入 2.0mL 混酸（$HNO_3 + HClO_4$ = 4 + 1），混匀后放置 10min。再旋紧罐盖置于烘箱中，待升温至 100℃时，保持 30min，再继续升温至 130℃，再保持 3h。关闭烘箱，待温度降至室温，移入 5mL 比色管中，以去离子水稀至刻度，摇匀待测。

灵芝酒（Ge）

FAAS 法[72]

取试样 2.0mL 于 10.0mL 容量瓶中，用水稀至刻度，摇匀后待测。

葡萄酒（Pb）

F1 – FAAS 法[73]

量取 10.0mL 葡萄酒，加入 3mL H_2O_2 于 MDS – 81D 微波炉的消化罐中消化 3min；加入 0.5mL 氨水，转入 25.0mL 容量瓶中，定容。接入流动注射流路中，预充满 10s，预浓集 90s，洗脱 10s，进入火焰原子化器进行测定。其参数为进样速度 3.6mL/min，DDC 缓冲液流速 0.4mL/min，乙醇洗脱液 2.5mL/min 对含 Pb 量在 20μg/L 时，富集 90s 后，富集倍数可达 100。

酒（Pb、Mn）

FAAS 法[74]

取 50.0mL 酒样于 150mL 烧杯中，在电热水浴上蒸至 10mL，取下冷却，加 5mL HNO_3，水洗烧杯，盖上表皿，在电热板上从低温加热，消化至无棕红色气体出现，用水洗涤，冷却，滴加 0.5mL H_2SO_4 或 1.0mL $HClO_4$，加热至冒白烟，再蒸至近干①，加 1.0mL HCl，冲入 10mL 比色管中，用水稀至刻度，摇匀，

用 Zeeman 扣背景 AAS 法测定。

用本方法可分析甜酒，白酒中的 Pb、Mn。

注：①样品如果消化不完全时，可再重复消化一次。

营养辅酒（Se）

AES 法[75]

吸取酒样 5.000mL 于 100mL 三角瓶中，小心加入 100mL HNO_3 放置过夜，次日在沙浴锅中低温加热到小积体后，加 2mL $HClO_4$ 消化至大量白烟冒过，冷却，加入 12.5mL HCl（6mol/L），低温加热至溶液变为清亮无色并伴有白烟出现，冷却，转移至 25.0mL 容量瓶中，定容摇匀待测①。

注：①对测定 Se 干扰较大的元素主要为 Cu，当试样中 Cu 含量小于 50μg 时可不加干扰抑制剂，如果 Cu 含量大于 50μg 时，可加入 5μg/mL Fe^{3+} 予以消除。

1.5 蔬菜、水果类

蔬菜（Al、K、Ca、P、Fe、Mn、Co、Ge、Pb、Na、Mg、Cu、Zn、B、Ni、V、Cd、Sr）

ICP－AES 法[76]

将新鲜蔬菜用自来水洗净后，再用蒸馏水冲洗，然后晾干或用细纱布擦干。将样品用不锈钢刀切成小块，放在真空干燥箱中，在 65℃ 条件下真空干燥，用咖啡磨粉碎保存。称取粉碎样 0.500g 于 25mL 带盖石英烧杯内，在 FP－41 马弗炉 300℃ 炭化 1h，550℃ 炭化 57 h，冷却后用 2.5mL HNO_3（1＋1）溶解完全后，转移至 25.0mL 容量瓶中摇匀备用，测定 K、Na、Ca、Ge、P、Cu、Fe、Zn、Mn、Sr、Al 等 11 种元素。

称取蔬菜（食品）5.000～20.000g 本实验取 5.000g，高温灰化 10～15h，如果灰化不完全，取出，加入少量 HNO_3 蒸干，再放入马弗炉中灰化 30min 即可，溶解，定容至 25.0mL，摇匀，测定 B、Ni、Co、Ge、Cd、Pb、V 等 7 元素。

蔬菜（Ca、K、Mg、Cu、Fe、Zn、Mn）

ICP－AES 法[78]

从大田采集的新鲜样品约 1Kg，取其可食部分 200g，用清水洗净，再用蒸馏水冲洗，将其置于冷冻干燥机中，冻干后称重，求得含水量，冻干的样品在样品磨碎机中粉碎备用。

称取样品粉末 0.200g 于石英烧杯中，置于马弗炉中，300℃ 炭化 1h，550℃ 灰化 3h，灰化后用 1mL HNO_3 溶解残渣，定容于 25.0mL 容量瓶，摇匀备用。

蔬菜（Cd、As、Cr、Pb）

ICP－AES 法

取 6 份大白菜样，每份 0.500g 于 25.0mL 石英烧杯中，分别加 As、Cr、Pb、Cd 的混合标准溶液（As、Cr 5.00μg/mL，Pb 2.00μg/ml 以及 0.500μg/mL 的 Cd，其中含 10% HNO_3）0.00、0.10、0.20、0.50、0.75 及 1.00mL 和保护剂［MgO 和 $Ni(NO_2)_2 \cdot 6H_2O$，用 20% HNO_3 溶解，并定容至 500mL］4mL，用 20% HNO_3 补足加入体积到 5mL，缓缓摇匀样品后，置于马弗炉中 120℃ 1h 后，盖上盖于 300℃ 1h，于 550℃ 2h，如有黑色残渣可以加入 5－6 滴 HNO_3（1＋1），550℃ 10.0min 灰化即可，冷却后用 3mL HNO_3（1＋1）溶解灰份，然后用水定容至 10mL，摇匀待测。

蔬菜（F）

氟电极法[79]

采用适量新鲜蔬菜，取可食部分，依次用自来水、去离子水洗净，用不锈钢刀切碎，放瓷盘中于远红外干燥箱中 85℃ 烘干。用植物粉碎机粉碎，过 40 目筛，装瓶备用。

将上述样品于 100℃ 烘箱中烘至恒重。称取 2.000 ~ 3.000g 样品，置于瓷坩埚中，加入 2mL $Mg(NO_3)_2$（0.15mol/L），2mL $MgCl_2$（0.15mol/L）及 1mL NaOH（0.2mol/L）作保护剂用细玻璃棒搅匀，浸渍 15min，于 250℃ 的开放式灰化炉上炭化至样品完全变黑，不冒烟，然后升高炉温至 550℃ 灰化至样品完全变成白色，定容待测。

蔬菜、中药（Cu）

分光光度法[80]

采集新鲜蔬菜或中药，取可食用部分 1 ~ 2 kg，洗净后在太阳下自然晒干，经烘干，磨碎，过 80 目筛。称取 0.500 ~ 1.000g 干样于刚玉坩埚低温炭化后，移入 550℃ 高温炉中灼烧 1h 至白色，如不变白，稍冷后加入几滴浓 HNO_3，润湿残渣，低温蒸干，再灼烧至全部变白，冷却后用 5.0mL（8.0mol/L）HNO_3 加热溶解，蒸至近干，用 HNO_3（0.01mol/L）溶解并移入 25.0mL 容量瓶中定容，混匀备用。

蔬菜（Pb）

AFS 法[81]

称取经粉碎的干样 0.500g，置于 100mL 三角瓶中，用混酸 $HNO_3 - HClO_4$ 加热消解，至冒白烟，当溶液呈淡黄色或无色透明状时，约剩 1.5mL 左右，加水溶解，加入 1mL $K_3Fe(CN)_6$（10%）+ $H_2C_2O_4$（2%）混合液，以水定容，放置 30min 后测定。

蔬菜（S）

高频红外法[82]

蔬菜试样，先洗净、晾干，用干净刀（或剪）切成细碎块（或细段），置于烧杯内，放入干燥箱内烘烤，温度从 40℃渐渐升至 110℃，并保持 4h，然后研磨成粉状。对粮食试样可直接装入烧杯内，用与蔬菜同的方法烘烤和研磨。

用已处理的坩埚直接称取 0.1 ~ 0.5g（±0.001g）研磨试样，将坩埚置于 250℃ 焙烧炉内，在氩气流中（250mL/min）蒸馏 30min，并在氩气流中冷却，取出立即分析。

蔬菜（维生素 C）

分光光度法[83]

称取一定量洗净的新鲜蔬菜，放入研钵中，分多次加入适量 EDTA 溶液，边加边研磨至碎。将提取液用脱脂棉过滤，残渣留在研钵中，再加入一定量 EDTA 溶液，如前法多次提取，最后一次连渣全部移至漏斗，用少量 EDTA 溶液洗涤，各次提取液和洗液，均滤入同一棕色容量瓶中，定容后，按实验方法测定维生素 C 的含量①。

注：①实验方法：取 25.0mL 刻度相同的比色管 2 支，其中一支先加入一定量的抗坏血酸标准溶液，然后加入 6mL NaOH 溶液，最后加入四氮唑蓝溶液 2 mL，再用水定容至 25.0mL 刻度处后摇匀；另一支加入四氮唑蓝溶液 2mL 及 6mL NaOH 溶液后，直接用水定容至 25.0mL 刻度处摇匀，作为试剂空白。20min 后，以试剂空白作参比，用 1cm 比色皿于 610nm 处，测其吸光度。

蔬菜（五氯硝基苯）

气相色谱法[84]

样品处理：蔬菜洗净用刀切碎后，用组织捣碎并均浆，干性样品加一定量的蒸馏水。取相当于原样品1.000g，置入50mL离心管中，加10mL正己烷，在高速分散器（10000r/min）下，搅拌2min，离心（2000r/min）5min，上清液转移至25.0mL容量瓶中，再向离心管中加5mL正己烷，高速分散搅拌后离心，合并上清液，定容至25.0mL。取2mL提取液过预处理柱净化，用2mL 10% 丙酮－正己烷淋洗预柱，收集淋洗液，用无水硫酸钠脱水，定容至25.0mL，待用。

广西果蔬（Ca、Zn、Fe、Cu、Mg、Pb、Cr、Cd、Ni、Sr、Mn）

FAAS 法[85]

样品处理：将果蔬用自来水洗干净后，再用蒸馏水，去离子水洗净。需去皮的经去皮后，用DS－200高速组织捣碎机粉碎，混匀，取出部分测含水量，剩余部分置于烘箱中在80℃下过夜。稍冷后，粉碎备用。

称取试样2.000g左右于100mL烧杯中，加适量去离子水浸泡3～4h，加5mL HNO_3，盖上表面皿，将试样在室温下反应过夜。次日在电热板上缓慢消化至近干，继续加10mL HNO_3，蒸至近干，再加10mL HNO_3，分次滴入3～5mL H_2O_2，继续缓慢消化样液至近干，设法将酸赶尽，加入2滴HCl，微热溶解残渣，用去离子水移至10mL比色管并定容至刻度，同时做空白。①吸原始样液，直接测定锌、铁、铜、锰、铅、铬、锶、镍、钴、钼含量。②吸原始样液0.2mL，加入0.5mL 0.6% 镧溶液，补加0.3mL去离子水，供钙测定。③吸原始样液0.1mL，加入0.5mL 3.0% 镧溶液，补加0.45mL去离子水，供镁测定。④吸原始样液0.45mL，加入0.05mL干扰抑制液，供铬测定。

东北野菜（Fe、K、P、Zn、Mn、Sr）

ICP－AES 法[86]

14种野生蔬菜均采集自吉林通化山区，采摘可食部分的新鲜样品作为测试对象，其中杏叶菜、四叶轮、刺老芽、大叶芹、酸樱、龙须菜、猫爪子菜以茎叶为主，轮叶党参、紫花桔梗，白花桔梗以地下根为主，另外还有四种厥类蔬菜广东菜、蕨菜、牛毛广和猴腿。

将每种菜鲜样称200g，先用自来水洗净，再用蒸馏水冲洗，然后切碎，在冷冻干燥机中－20℃冻干，干燥后用粉碎机粉碎，制成粉末干样备用。称取0.500g干样于马弗炉中300℃碳化1h，550℃灰化4h，冷却后用 HNO_3（1＋1）溶解，再用水定容至25.0mL，待测。

红毛菜（Ca、Mg、Mn、Fe、Cu、Al、Si）

FAAS、GFAAS 法[87]

称取红毛菜0.100g于铂坩埚中，加少许水润湿，再加入0.5mL H_2SO_4，将铂坩埚置于电炉上加热分解，待样品与 H_2SO_4 作用后滴加 H_2O_2，直到溶液清澈为止。然后蒸至近干，加HCl（1＋1）浸取，转入100mL容量瓶中，按上述仪器工作条件进行测定。分析Ca、Mg、Mn、Fe、Cu用火焰原子吸收法，Al、Si用石墨炉原子吸收法。

菠萝（Cu、Zn、Fe、Mn）

FAAS[88]

称取样品2.000g，加入 HNO_3 3～4mL，H_2O_2（30%）2～3mL，微波消化5min时，消化液无色透明、无

残渣、不漏气，消化完全，对测定结果无影响。当消化时间小于 3min 时，消化液呈浅黄绿色并有残渣，消化不完全，而消化时间大于 6min 时，会产生卸压排气现象。以下的试验采用 $HNO_3$3mL、H_2O_2（30%）3mL，微波消解 5min。

竹笋（Ca、Mg）

FAAS 法[89]

将竹笋洗去表面泥沙，用去离子水涮洗干净后，于 105℃的烘箱中烘干，研细，制成粒度为 0.3～0.5mm 的试样。

称取试样 0.500g 于 25mL 瓷坩埚中，放入 200～250℃的马弗炉内，以每小时 100℃的速度阶梯升温至 500℃以下，保持 4～6h，灰化完全后，取出坩埚，冷却后加入 0.1mol/L　HNO_3 溶液 5mL，移入 50.0mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀备用。

取上述溶液 5.0mL 于 25.0mL 容量瓶中，加入 0.25mL　HNO_3，1mL 3% 的 $La(NO_3)_2$ 溶液，用水稀释至刻度，摇匀待测。

猴头菌、香菇、麦饭石（Pb、Cd）

钨环电沉积 **GFAAS** 法[90]

称取粉碎后的试样 0.500g 于具塞石英锥形瓶中，加入适量的酸（猴头菌：7.0mL　HNO_3 + 3.0mL HCl，天然香菇：6.0mL　HNO_3 + 1.5mL　$HClO_4$，麦饭石：7.0mL HNO_3）；在室温下自然消化 24h。加热至溶液不再冒棕色气体为止（如溶液混浊可滤去酸不溶物）。用稀 NaOH 溶液调节 pH = 7.0，加入 HAc – NaAc 缓冲液①5mL（测定 Cd 时 pH = 5.5，测定 Pb 时 pH = 4.5），转入 100mL 容量瓶中，用水稀至刻度，摇匀。

分别取上述溶液 10mL 于小石英烧杯中，进行钨环电沉积②和测定。

注：①缓冲液：HAc – NaAc 为醋酸～醋酸钠。

②钨环电沉积：自制、钨丝直经 0.30mm，全长 4.2cm，环内径 0.27cm，环外径 0.35cm，螺旋形电极比直线形好，匝数越多、电沉积效率越高。

野果（Se）

GAAS 法

称取 10.000g 左右的兰天果于 250mL 烧杯中，加 20mL 王水，置于电热板上消化，直到有机物全部分解，蒸发，适当控制酸度，冷却至室温，转移至 25.0mL 容量瓶中定容。分别取 10mL 样品和 20mL 基体改进剂（10μg Pt + 200μg Ni）于石墨管中，用石墨炉原子吸收测定。

1.6 海产品类

鱼肉（Cd）

FAAS 法[91]

将鱼肉用乳酸菌破坏后，称取 0.500g 样品于低温灰化装置中，在高频输出功率为 500W，氧气流量为 100mL/min 下激发低温灰化。在灰分中加入 2mL　HCl，溶解后转移至 100mL 容量瓶中，用水稀至刻度，摇匀待测。（标准加入法）

鱼肉（Cd）

GAAS 法

将所有待测的肉取出，用水冲洗干净后，于 105℃ ± 2℃　烘箱内烘 6h 至恒重，取出，用研钵研碎，

称重 0.300g 左右置于聚四氟乙烯消化罐中，在罐中加入适量 HNO_3、H_2O_2 拧紧罐口，将罐置于微波炉中进行微波消化。只需 30min 样品即可消化完全，定容待测。

鱼肉（Hg）

AAS 法

准确称取 1±0.1g（干样不能大于 300mg，含脂肪高的干样不能大于 200mg）于消化罐内，加 0.5mL HNO_3，拧紧螺旋盖，将消化罐放入已预热至 150℃的烘箱中，加热 30～60min，或到样品完全溶解，取出消化罐，冷却至室温，拧开螺旋盖，扣上凸咀，借助 95mL 稀释液（在 300～500mL 水中 + 58mL HNO_3 + 67mL H_2SO_4，用水定容至 1L），将样液转移至 250mL 平底消化瓶（有标准接口），用还原气化法将 Hg 蒸气带入吸收电池内，以 AAS 法测定①。

注：①不要改变本方法规定的称取样品的量和加入酸的体积，否则，在消化期间由于压力过大，可能引起爆炸。

鱼肉（Hg）

AFS 法[92]

将金枪鱼的鲜样用捣碎机打成匀浆，称取匀浆 0.500g 样品于消化罐 中，加入 1～5mL HNO_3，盖好安全阀后，将消化罐放入微波炉中，消化完毕后，冷却，用 HNO_3（1+9）定量转移并定容至 25.0mL（Hg 含量低者可定容至 10.0mL），混匀待测。

鱼肉（Cu、Zn、Fe）

FAAS 法[93]

将鱼尾肌肉用普通滤纸吸干表面水份，称取 3.000g 置于聚四氟乙烯坩埚中，在 105℃干燥 5h。将样品转入铂金坩埚中，加入 2mL 10% HNO_3，在电热板上蒸干炭化。然后放入马弗炉在 600℃继续灰化 4h，直至样品为白灰状。取下冷却，用 2mL 1% HNO_3 浸取，而后定容于 50.0mL 容量瓶中，溶样时间约 15 h，样品才能消化完全。

鱼肉（Pb）

AAS 法

称取 25.000g 鱼样于坩埚中，于 135～150℃ 烘干 2h，移入尚未升温的可控温的高温炉中，慢慢升温至 500℃过夜或保持 1.6h（温度到 550℃时，Pb 就可能损失）。取出坩埚，冷却至室温，仔细加 2mL HNO_3，旋转坩埚，使酸与灰分浸润均匀。于电热板或蒸汽浴上仔细蒸干，移入已冷却的高温炉中，慢慢升温至 500℃保持 1h，取出坩埚，冷却，必要时可继续加 HNO_3 灰化，直至获得无炭粒的清洁灰分。加 10mL HCl 于电热板上小心加热促使灰分溶解。将溶液转入 25.0mL 容量瓶，用两份 5mL（1mol/L）HCl 加热溶解坩埚中的残渣，加入 25.0mL 容量瓶中冷却，用（1mol/L）HCl 稀释并定容，混匀，待测①。

注：①如果样品混浊，测定前加 1mL 缓冲液。

海产品（Na、Mg、Al、P、Cr、Mn、Fe、Ni、Cu、Zn、As、Sr、Mo、Cd、Pb、Hg）

ICP－MS 法[94]

称取 0.250g 贻贝标样于 100mL 聚四氟乙烯消解杯中，分别加入 5.0mL HNO_3，2.0mL H_2O_2，浸泡 1h，装好微波罐送入微波炉中按程序消解 28min，取出水冷至室温，溶液倒入烧杯于 100℃下加热赶尽 NO_x，转入 100mL 容量瓶中稀至刻度①后，立即转入聚乙烯瓶中保存。

注：①最终酸度 2% 左右

鲸肉（K、Na、Ca、Mg、Fe、Mn、Zn、Cu、Se、Ge）

ICP – MS 法[95]

取鲸肉用匀浆机捣碎混合均匀备用。准确称取 1g（精确至 0.001g）左右样品放入微波消化罐聚四氟乙烯内杯中，加入 6mL HNO_3 和 2mL H_2O_2 浸泡过夜。消解前先将上盖旋紧，放入微波炉转盘内，用 1.5 Mpa 压力消解 6min。冷却后旋松帽盖，将试液转入 25.0mL 容量瓶中，用超纯水定容至刻度此为溶液 1（作为测定 Mn、Zn、Cu、Se、Ge 的试样）。用移液管从溶液 1 中准确吸取 1.0ml 试样放入 50.0ml 容量瓶中，用超纯水定容至刻度，此为溶液 2（作为测定 K、Na、Ca、Mg、Fe 的试液）。在最优化实验条件下直接用 ICP – MS 法测定各元素含量，同时做空白试验和回收率试验。

鱼骨粉（Cr^{6+}、Cr）

$Fe(OH)_3$ 共沉淀 – FAAS 法[96]

称取 0.100g 粉碎后的鱼骨粉于 50mL 锥形瓶中，加入 7mL 10mol/L NaOH 溶液，盖上胶塞（胶塞中央用 9 号针穿过，作为放气孔），置锥形瓶于 95℃左右的电热板上加热，并不断摇动锥形瓶，1 ~ 2h 时后取下冷却，移入 25.0mL 容量瓶中，以水稀至刻度，摇匀备用。

分取上述样品溶液 1 ~ 4mL 于 50mL 烧杯中，加入 0.3mL 1mg/mL Fe（Ⅲ）溶液，1mL 0.05mol/L 硼砂溶液，然后以水定容至约 20mL，用稀盐酸和 NaOH 调节 pH 值为 10 左右，将溶液加热至近沸使沉淀完全，静置半小时后用快速定量滤纸过滤，用水洗沉淀二次，最后用温热的 5mL HCl（1 + 5）溶解沉淀，置滤液于 10.0mL 容量瓶中，再用温热水冲洗滤纸 2 ~ 3 次，稀释到刻度摇匀待用，测定 Cr（Ⅲ）。

称取 0.100g 粉碎后的鱼骨粉于 50mL 烧杯中，加入 10mL HNO_3 和 1mL $HClO_4$ 盖上表皿，在电热板上加热保持微沸，直到样品全部溶解，溶液澄清为止。取下表面皿，然后移入 25.0mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀测定总铬。Cr（Ⅵ）为总 Cr 和 Cr（Ⅲ）的差值。

贝类（K）

FAAS 法[97]

称取 1.000g 贝类样品，在 5mL H_2SO_4，10mL HNO_3 的混合酸中加热，当产生 SO_3 白烟后，再加入 5mL HNO_3 并加热至液体变黄后，冷却，用水定容至 100mL，摇匀，待测①。

注：①用此溶液还可以测定 Mg。

海螺肉（Se）

GFAAS 法

称取粉碎且混合均匀的海螺肉等食品样品 5.000 ~ 10.000g 于 50mL 瓷坩埚中，加入 5mL　1.0mg/mL 的 $Mg(NO_3)_2$ 湿润样品（液体样品则要在电热板上炭化后加入），置坩埚于电热板上低温炭化，然后于 500℃ 马弗炉中灰化 2 ~ 3h，取出冷却并用 2mL　HNO_3（1 + 1）溶解残渣，以水洗入 50.0mL 容量瓶中，定容。同时带空白与硒标准系列一起进行原子吸收测定。

牡蛎粉（Se）

GFAAS 法

准确称取一定量样品，加入 5 ~ 10mL HNO_3，瓶口加盖表面皿，在沙浴中控温消化，温度控制在 140℃，因硒及硒的化合物挥发性较高，温度高于 160℃即有损失。待样品消化完全，冷却，加 1mL

$HClO_4$，继续控温加热直到 $HClO_4$ 白烟大量出现，取下冷却，水洗表面皿和瓶壁，控温蒸去多余的酸至糊状，用二次水定容到 10.0mL 比色管中。采用标准加入法测定。测定时，先用微量注射器吸取 20μL 钯溶液（称取 1.000g 光谱纯钯粉，溶于少量 HNO_3 中，配置成含钯 1.000mg/mL 的硝酸盐溶液，使用时钯的最佳加入量为 3μg，这时抗坏血酸浓度为 0.5～3%之间）加入石墨炉中，干燥后再加入样品溶液和抗坏血酸溶液①。

注：①以钯－抗坏血酸作基体改进剂。

贝肉（Zn）

FAAS 法

称取 1.000g 样品，加 5mL H_2SO_4，10mL HNO_3 的混合溶液，加热至冒 SO_3 白烟后，加入 5mL HNO_3 并加热至液体变黄后，冷却，用水稀释至 100mL，摇匀，待测。同时做空白试验。

贻贝（多环芳烃）

色谱－质谱法[98]

从海上采集的贻贝样品经海水洗涤，弃去壳，取其软组织，经低温冷冻真空干燥，粉碎研磨，通过筛孔 0.06mm 筛，收集于玻璃瓶中，备用。

称取 3.000g 干样与 10g 无水硫酸钠混合，放置于索氏提取器套筒中加入 150mL 正已烷－二氯甲烷（2＋1）混合溶剂浸泡 4h 后，加热回流提取 24h，提取液全部移入浓缩瓶中，于旋转蒸发器上浓缩至 1mL。将浓缩液全部移入装有 10g 氧化铝的层析柱上，用 50mL 正已烷一二氯甲烷（1＋5）淋洗层析柱，淋洗液收集于浓缩瓶中，于旋转蒸发器上浓缩至近干，用正已烷溶解定容后进行 GC/MC 测定。

虾标样（Sr）

高压溶样 **FAAS** 法

称取 0.200g 样品，加入 2.5mL HNO_3 于高压消化罐中，于 150℃烘箱中加热 4～5h，取出冷却，打开盖子将试液蒸至近干取下，加 1mL HCl，盖上，反转几次，移入 10.0mL 容量瓶中①，以水洗罐几次盖上，反转振摇，定容，摇匀，待测。

注：①以高压罐消解试样，在试样转移中应以水洗几次，以免待测元素损失。

1.7 植物类

植物（Ca、Cu、K、Mg、Mn、Zn、B、P）

ICP－AES 法[99]

准确称取 1g 植物样品，干燥磨细①，置于上釉高型坩埚中，在 500℃ 马弗炉内灰化 2h。冷却后，加入 10 滴水润湿灰份，并小心地加入 3～4mL HNO_3（1＋1）。在电热板上（100－120℃）蒸发过量的 HNO_3，再放回马弗炉内灰化 1h 。冷却，用 10mL HCl（1＋1）溶解灰份，用水定量地转入 50.0mL 容量瓶内，并用水稀释定容。

注：①在干燥磨细过程中要防止灰尘等污染样品。

植物（Ca、Fe、Cu、Mg、K、Zn）

FAAS 法

当要采集的植物不是一株而是大批植物时，必须首先要选定若干有代表性的植株，它们能完全代表这

些植物的平均组成。对于测定矿物组成成分时，要把植物样品表面的沙子、泥土、泥污的杂质全部清除（但沙子和土壤不能浸洗），也不能过分地清洗，以免内部组成被溶出。要尽可能地风干和烘干，以防由于呼吸作用引起的分解或失重量。当测定 Cu、Mn、Zn、Fe、Al 等元素时，在干燥、磨细和过筛中要避免灰尘污染样品。

植物样品的预处理方法有两种：

（1）干灰化法：准确称取 1g 样品（干燥、研细的样品），置于高型上釉瓷坩埚中，在 500℃ 灰化 2h，放冷。用 10 滴水润湿灰分，仔细加入 3 ~ 4mL HNO_3（1 + 1），在 100 - 120℃电热板上蒸发过量的 HNO_3。将坩埚再置于炉中，在 500℃ 灰化 1h，冷后，用 10mL 的 HCl（1 + 1）溶解灰分，定量转入 50.0mL 容量瓶中，摇匀。

（2）湿灰化法：准确称取 1g 样品（经干燥磨细后的样品），置于 150mL 派力斯玻璃烧杯中，加入 10mL HNO_3 充分浸泡，然后加入 3mL $HClO_4$（60%），在电热板上加热。开始时缓慢加热，待停止起泡沫后继续加热至 HNO_3 几乎被蒸发尽。如果发生碳化冷却后再加 10mL HNO_3 继续加热蒸发，直至冒 $HClO_4$白烟为止。冷却后加入 10mL HCl（1 + 1）定量地转入 50.0mL 容量瓶内，摇匀。

上述两中植物样品的预处理方法适用于用火焰原子吸收测定 Ca、Fe、Cu、Mn、Mg、K 及 Zn 等元素。

植物（Cu、Zn）

FAAS 法[100]

称取过 0.5mm 筛的干样 2.000g 置于 125mL 三角瓶中，加 10mL HNO_3，摇匀，于约 200℃ 电热板上加热 0.5h，取下冷却，加混酸 $HNO_3 + HClO_4$（3 + 1）10mL，继续加热至有白烟冒出。样品溶液呈浅黄色（或白色）已消化完全。继续加热蒸去大部分 HNO_3 及 $HClO_4$。冷却后用 0.1mol/L HNO_3 洗入 25.0mL 容量瓶中，混匀备用。

植物（Fe、Mn）

GFAAS 法

将 200mg 植物样品分别用规定的方法处理，干燥，移入聚四氟乙烯高压密封罐（单封闭式）中，加入 3mL　HNO_3，1mL HCl，加盖密闭，在 120℃ 加热分解 90min，加入 10%　H_2O_2　2 - 3 滴，冷却后，加 5mL　HCl_4，用水稀释至 10.0mL，制备试样溶液。在钨炉中加入 15μL 甲酸，再加入 5μL 试样溶液后，干燥，灰化，在 2300℃ 原子化 2s。同时用氘灯对信号进行背景校正。

植物（F）

离子选择性电极法[102]

将植物样品于 70℃ 烘干、磨细、过 60 目筛，称取 2.000g 样品，置于镍坩埚内，加入 6mL 1% Na_2CO_3 溶液，浸泡过夜。在电炉上蒸发至干，炭化后，放入高温电阻炉内灰化 4h 取出冷却，加入 10mL H_2O，微热使其溶解。再慢慢滴加 8mL HCl，边加边搅碎，将 pH 调至 8 ~ 9。转入 100mL 容量瓶，用水定容，摇匀。过滤于塑料瓶内，即为待测溶液。

植物（Hg）

冷 FAAS 法[103]

称取 1.000g 植物样品于 50mL 烧杯中，加入 12mL HNO_3 放置过夜，次日在低温电热板上小心蒸发至近干（切勿蒸干），再加入 5mL　HNO_3 蒸发至小体积，取下稍冷后加入 5mL　HCl 继续加热蒸发至 12mL，取下加入少量水，微沸，冷却后移入 25mL 比色管中，用水稀至刻度，摇匀。澄清后取出 5.0mL 试液（视汞

含量而定）于100mL容量瓶中，加入1mL $K_2Cr_2O_7$（1g/L），用王水（10%）稀至刻度，摇匀。在GX-3型测汞仪上测定其吸光度。

植物组织（Mg、K、Na、Ca）

FAAS法[104]

将植物组织在70℃烘干，用植物粉碎机粉碎磨细过1mm筛，准确称取15g（叶子1g，皮2g，木材5g），置于250mL三角瓶内，加入30mL HNO_3+HClO_4（5+1）混酸，瓶口放一只弯颈漏斗，静置过夜，次日，在可控温电炉上消解保持微沸状态，此时有大量棕色NO_2气体冒出，当棕色气体消失，升高炉温使SiO_2脱水至冒白烟为止，如果溶液不透亮发白，可加5mL HNO_3继续消解，直至变清冒白烟为止。冷却后，加入20mL去离子水，用定量滤纸过滤到250mL容量瓶内，用热的1% HCl溶液洗涤三角瓶和滤渣，直至无Fe^{3+}反应为止。用水定容，摇匀作为待测溶液。

测定K、Na时要加5% $CsCl_2$，取2-10mL试样及空白分别置于100mL容量瓶中，加入2mL 5% $CsCl_2$溶液，用水定容，待测。

对Ca及Mg的测定：取2-10mL待测溶液和空白，分别置于100mL容量瓶中，加入2mL 5% $LaCl_3$溶液，用水定容，待测。

植物组织（Mo、Cr、Ni、Co、Cd、Sr、Ba、Li、Pb）

GFAAS法[105]

将植物样品在70-75℃烘箱内烘干，粉碎研细过1mm筛，准确称取5~10g样品放入50mL瓷坩埚内，半开坩埚盖，在可控温电炉上灰化，当不冒烟时，移入600℃高温电阻炉内灰化4h，如果灰化不完全（有黑炭粒存在），冷却后加几滴10% HNO_3溶液，润湿灰份，在电炉上蒸干后，再移入室温电阻炉内直至灰份变白或灰白为止。冷却后，用15mL 10% HNO_3溶解灰份，然后用水定容到50.0mL，摇匀，过滤，滤液待测，同时带试剂空白。

植物、人发（Pb）

AFS法[106]

称取0.500g试样于刚玉坩埚中，先在电炉上加热炭化，然后放入500℃马弗炉内灼烧5h。取出冷却后，用少量水将坩埚中的残余物转入聚四氟乙烯烧杯中，用少量水润湿后加入5mL HCl、2mL HNO_3、1mL $HClO_4$、5mL HF，于电热板上加热至冒白烟时取下。用水吹洗杯壁，继续加热，至白烟刚刚冒尽。取下冷却后，加入5mL HCl（10%）溶液，在电热板上浸取片刻，然后移入25.0mL试管内，用水稀释至25.0mL，摇匀。

吸取上述清液1.0mL于25.0mL比色管中，用含有混合掩蔽剂①的1.5% HCl溶液稀释至10mL加塞摇匀，待测。

注：①混合掩蔽剂：0.02%邻菲啰啉-0.2%KSCN-0.4%草酸。

植物、动物、土壤（Pb）

悬浮液GFAAS法[107]

根据样品含铅量，称取10-200mg样品于100mL烧杯中，加入5mL或10mL悬浮剂溶液（悬浮剂采用黄原胶），在进样前用超声波对样品和悬浮剂搅拌20s后进样测定，每次进样前都用超声波搅拌一次（10s）。

草本植物（Cu）

FAAS 法[108]

称取 6.000g 样品，于高温炉中 650℃灼烧 2.5h①，移入 250mL 烧杯中②，加 30mL HNO_3，2mL 5.8mol/L $HClO_4$加热溶解，转入 50.0mL 容量瓶内，摇匀，待测③。

注：①灼烧时间太短，灼烧不完全。

②玻璃器皿一定要洗涤干净，干燥，防止污染。

③用此溶液可同时测定 Cu、Pb、Zn 等元素。

泡桐树叶（B）

GFAAS 法[109]

将采集来的新鲜叶片用水冲洗干净，并用滤纸将表面的水吸干，置于鼓风干燥箱内，于 70－75℃ 下干燥，然后用植物粉碎机磨细过 1mm 筛，准确称取 5g 于 100mL 凯氏瓶内，加入 30mL HNO_3 + $HClO_4$（5 + 1），瓶口上盖一支弯颈漏斗，静置浸泡过夜。次日于控温电炉上消解保持微沸，直到棕色气体消失并冒白烟为止。如果溶液不透明，可再加 5mL HNO_3，继续消解，直至溶液变清并冒白烟为止。冷却后，转入 50.0mL 容量瓶内，加入 5mL Ca－Mg 混合基体改进剂（Ca 10mg/mL，Mg 5mg/mL），用水定容，摇匀后用中速滤纸过滤即为待测溶液，同时做空白溶液。

荔枝叶、龙眼叶（B）

GFAAS 法[110]

称取 0.500g 烘干磨细的样品于 30mL 瓷坩埚中（对于种子样品可加几滴饱和氢氧化钙以防硼酸损失）。于电炉上碳化至无黑烟，加盖后移入马弗炉中，逐渐升温至 500℃，保持 1.5－2h，取出，准确加入 20.0mL HCl（0.1mol/L）溶解灰份。测定时，将待测溶液倒入小塑料进液杯中，待测。

桃叶、生物牛肝、牡蛎、西红柿、茶树叶（Cu、Zn、Fe、Mn、K、Mg）

FAAS 法[ ]

称取干燥生物粉末样品 0.500g、用漏斗加入消解罐内。根据不同实验要求，滴加临时配置的 H_2O_2－HNO_3 混合消解剂 5mL 与样品混匀，盖上罐盖，压上压板，旋紧螺帽，加热通电 3min，然后放置冷却 10min 左右，取下压板和罐盖，转移消解液于容量瓶中，备用。

实验选择结果是：样品量 0.500g，粒度为 60 目过筛细粉，消解液配比是 H_2O_2 + HNO_3 = 3 + 2（少数样品压力、温度偏高或偏低时，可适当降低或增加 H_2O_2 比例），加热时间约 3min，加热功率 10W（7V 稳压电源）。

在上述条件下，罐内温度在 190－210℃，压力在 36　MPa 范围变化不影响测试数据（罐盖上安装热电偶，由自动记录仪测试温度，保险装置上安装专用压力表测试压力。

香蕉叶（Fe）

FAAS 法[111]

称取 0.100g 样品于铂坩埚中，放入马弗炉中，从低温升至 650℃ 灼烧 2h①，取出坩埚稍冷后，加入 4 滴 9mol/L H_2SO_4，5mL HF，置电热板上加热至冒 SO_3 白烟，待白烟冒尽后，取下加 8mol/L HNO_3 2mL 和少量蒸馏水，在电热板上加热微沸，取下冷却后，移入 50.0mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀，待测。

注：①植物样品含有丰富的有机物，故样品要灰化完全，0.1g 样品在 600℃ 灼烧 2h，一般能完全灰

化，灰化后的颜色为白色或灰白色。

酸桔叶子（K、Na、Ca、Mg）

FAAS 法[112]

首先将采摘来的酸桔叶子在 80℃ 烘干 24h，然后磨细过 20 目的不锈钢筛，取两种不同土壤生长的样品各一份，按下面各种方法进行预处理：

（1）用 0.1mol/L HCl 浸提法：称取 0.500g 样品，加入 20mL 0.1 mol/L HCl，在室温（22－23℃）浸提 24h。

（2）1 mol/L HCl 浸提法：除将 0.1 mol/L HCl 改为 1 mol/L 以外，其余同（1）法。

（3）热水消煮法：取 0.500g 样品加入 10mL 煮沸的去离子水，消煮 20min。

（4）HNO_3 消解法：取 0.500g 样品加入 10mL 去离子水煮沸 10min 后，加入 10mL HNO_3，在电热板上继续消解使溶液变清。

（5）三酸消解法：取 0.500g 样品，加入 10mL 混酸（$HNO_3 + H_2SO_4 +$ HCl ＝9＋2＋2），浸泡过夜，后在电热板上加热，直至溶液变清为止。

（6）干灰法：称 0.500g 样品，在 450℃ 灰化 2h，灰份用 20% HCl 浸提。

以上 6 种预处理方法得到的溶液用 AAS 测定 Ca、Mg、K 和 Na，用火焰光度计测定。

从 K、Na、Ca、Mg 的测定值、处理方法的效果与方法来看：三酸消解法（5）优于干灰化法（6）及其它方法，它具有快速消解桔叶，过滤也快，H_2SO_4 沸点高（290℃）能保证消化完全。干灰化法虽然能完全破坏植物组织，但需用价格昂贵的铂坩埚。

1.8 肉及肉制品类

肉与肉制品（As）

HG－AAS 法[113]

肉类样品用组织捣碎机捣碎并混匀，饲料等干态植物样品用粉碎机磨碎后过 40～60 目筛混匀。准确称取肉类试样 2.000g±0.005g（湿重）或植物干样 0.250g±0.001g，放入消化试管中，加入 4mL HNO_3 摇匀后加入 1mL $HClO_4$，再摇匀后加 2～3 滴正辛醇，室温下放置 4h 或过夜。将试管置于自控电热消化器的加热孔中，升温至 75℃，待 NO_2 烟冒尽，加一粒打磨的玻璃珠于试管中，升温至 170℃，消化至溶液无色或呈浅黄色①，赶酸后，加 15mL 10g/L 抗坏血酸②，稍加摇动后，加入 200g/L KI 1mL，以水稀释至 20mL，摇匀，待测③。

注：①样品完全消解后应继续加热蒸发 1h，以除去试液中的干扰测定 As 的氮、氧化物。

②测定前加入抗坏血酸－KI，消除过渡金属元素的干扰。

③使用 HFS－2 氢化物发生器。

肉与肉制品（Cu）

FAAS[114]

按 GB9695.19 取样方法去除不可食部分，取有代表性试样 200g，用绞肉机绞 2～3 次，混匀。将绞好的试样装入带盖的试样盒中备用。制好的样品要尽快测定，若不能立即测定要密封冷藏贮存。同时在启用时必须重新均质。

1、干灰化法

称取试样 10～20g（精确至 0.001g），放入坩埚中，置于 130℃左右的电烘箱中干燥脱水后，将坩埚在

电炉上缓慢加热，使试样炭化，开始时用小火细心加热，以防试样溅出或燃烧，待大烟冒过之后，提高温度使试样完全炭化，直至不再冒烟为止。将炭化好的试样放入高温炉中，于 450 ± 20℃下灰化 4h。灰化好的试样应为灰白色，若灰分中有黑色颗粒时，应待坩埚冷却至室温后滴加水或 1 + 1　HCl 润湿残渣，烘干后再置于 450 ± 20℃的高温炉中灰化，直至灰分呈灰白色。

将灰分用 2.5mL　HCl（1 + 1）溶解，转移到 50.0mL 容量瓶中，定容混匀。

2、HNO_3 – $HClO_4$ 混酸消解法

称取试样 10 ~ 20g（精确至 0.001g），放入高型烧杯中，加入 15mL HNO_3、2mL　$HClO_4$，盖上表皿于室温下放置 10 ~ 24h，向烧杯内放入 3 ~ 5 粒玻璃珠。再将烧杯置于 150℃左右的电热板上回流加热 4h 后，移去表面皿继续加热，使最终体积不超过 4mL。注意控制加热温度，以防高氯酸爆炸。趁热将试样溶液转移到 50.0mL 容量瓶中，冷却后稀释到刻度，混匀过滤，滤液备用。同时制备试剂空白溶液。

肉与肉制品（Mg）

FAAS[115]

引用标准 GB 9695.19 肉与肉制品，取样方法。

去除不可食部分，取有代表性试样 200g，用绞肉机绞 2 ~ 3 次，混匀。将绞好的试样装入带盖的试样盒中备用。制好的样品要尽快测定。若不能立即测定要密封冷藏贮存。同时在启用时必须重新均质。

称取试样 1 ~ 3g（精确至 0.001g），放入坩埚中，置于 130℃左右的电烘箱中干燥脱水后，将坩埚在电炉上缓慢加热，使试样炭化，开始时用小火细心加热，以防试样溅出或燃烧，待大烟冒过之后，提高温度使试样完全炭化，直至不冒烟为止．将炭化的试样放入高温炉中，于 450 ± 20℃下灰化 4h。灰化好的试样应为灰白色，若灰分中有黑色颗粒时，应待坩埚冷却至室温后滴加水或（1 + 1）HCl 润湿残渣，烘干后再置于 450 ± 20℃的高温炉中灰化，直至灰分呈灰白色。

将灰分用 2.5mL　HCl（1 + 1）溶解①，转移到 50.0mL 容量瓶中，定容混匀②。

注：①此溶液 HCl 浓度为 1%，原料标准系列溶液的 HCl 也是 1%的浓度。

②用此样品溶液还可以分析 Fe。

肉与肉制品（Zn）

FAAS[116]

按 GB 9695.19 取样。

去除不可食部分，取有代表性试样 200g，用绞肉机绞 2 ~ 3 次，混匀。将绞好的试样装入带盖的试样盒中备用。制好的样品要尽快测定。若不能立即测定要密封冷藏贮存。同时在启用时必须重新均质。

称取试样 1 ~ 5g（精确至 0.001g），放入坩埚中，置于 130℃左右的电烘箱中干燥脱水后，将坩埚在电炉上缓慢加热，使试样炭化，开始时用小火细心加热，以防试样溅出或燃烧，待大烟冒过之后，提高温度使试样完全炭化，直至不冒烟为止．将炭化的试样放入高温炉中，于 450 ± 20℃下灰化 4h。灰化好的试样应为灰白色，若灰分中有黑色颗粒时，应待坩埚冷却至室温后滴加水或 1 + 1 HCl 润湿残渣，烘干后再置于 450 ± 20℃的高温炉中灰化，直至灰分呈灰白色。

将灰分用 2.5mL　HCl（1 + 1）溶解，转移到 50.0mL 容量瓶中，定容混匀①。

注：①此溶液 HCl 浓度为 1%，同样标准系列溶液的 HCl 也是 1%的浓度。

肉制品（NO_2^-）

紫外分光光度法[117]

吸取适量滤液于 50.0mL 容量瓶中，依次准确加入 1mL 中性红溶液（0.1% W/V），2mL HCl 溶液

(6mol/L) 用水稀至刻度，摇匀，5min 后用 1cm 比色皿，在 351nm 波长处，以相应的试剂空白作参比，测定吸光度。

本方法可测定午餐肉，火腿肠、熟火腿片中 NO_2。

肉制品（NO_2^-）

一阶导数分光光度法[118]

称取样品 5.000g（也可视样品中含硝酸盐、亚硝酸盐多少而定），加饱和硼砂液 12.5mL，加入高于 70℃的热水 250mL，匀浆，在沸水浴中加热 15min，取出时边搅拌边加入 3.0mL 10% 硫酸锌溶液，摇匀过滤，弃去初滤液，取滤液 10.0mL 至 100mL 容量瓶中，加水至刻度，用 1cm 石英比色皿，以水为参比，在 260～200nm 范围扫描记录导数光谱图。

肉制品（NO_2^-）

紫外光度法

准确称取经搅拌混合均匀的市售肉制品 5g，除去蛋白质，脂肪，制得澄清滤液，备用。

猪肝（V）

分光光度法

将市售的猪肝用自来水和蒸馏水洗净，用绞肉机捣碎和拌匀后，称取 100.000g 猪肝置于蒸发皿内，在烘箱内于 120～140℃除去水分，再移至马弗炉中于 550℃灼烧 8h。冷却后，加入少量 HNO_3 和 $HClO_4$，在电热板上加热完全分解残留的硫化物，驱除 HNO_3。用水溶解后转移到 50mL 烧杯中，蒸发至 7～8mL，用氨水调节 pH 5～7，除去不溶物，定容至 10.0mL。加入 0.5mL 0.05mol/L HNO_3，10mL 2.5%锆酸 N1923－CCl_4，于室温放置 30min 后萃取 3～5min，四钒酸（$H_4V_4O_{12}$）与锆酸之间通过氢键生成分子缔合物而被萃取。静置分层后，将有机相转移到另一个分液漏斗中，加入 5.0mL 0.5mol/L 碳酸钠，于 45～48℃放置 30min 后，反萃取 10min。分层后，移取 5.0mL 反萃取水相于 10mL 比色管中，加入 5mL pH＝9.4～9.5 的硝酸铵缓冲溶液（100mL 4mol/L 氨水＋50mL 4mol/L HNO_3，稀释至 1L），稀释至刻度，加入 1.0mL 0.035% $Hg(NO_3)_2$，放置在 35±5℃的水浴上加热 30min，迅速加入 1.0 mL $(NH_4)_2S_2O_8$，1.0mL 锆酸在 30s 内摇匀。再放入水浴中恒温 1h。在 1cm 吸收池中以试剂空白为参比，于 415nm 波长处测定显色溶液的吸光度。

动物肉（Hg）

冷原子吸收法[119]

取一定量代表性样品经高速组织捣碎后，定量称取湿态试样 5.000g 于消化试管中，加入 40mg V_2O_5，10mL HNO_3，置试管于自控电热消化器的加热孔中，放置过夜，定温 70℃，待反应开始后取下，加入 8mL H_2SO_4，一经激烈反应过后，定温于 140℃加热至试液澄清，NO_2 烟消失，取下加入 10mL 水，继续加热约 40min，驱赶氮氧化物。取下，冷却，加水 10mL 摇匀。以 $KMnO_4$ 溶液调至紫红色后数分钟不变，用盐酸羟胺调至紫色褪去，定容 100mL，摇匀后进行测定，同时带空白试验。

1.9 罐头、乳制品类

罐头果汁（Cu、Pb、Zn、Sn、Sb）

FAAS 法[120]

取果汁 200mL 用离心机（3×103r/min）离心处理 10min，将纤维沉淀出来。取上层清液 100mL 置于

500mL 高型烧杯中，加热浓缩到呈浆状时加入 200mL H_2SO_4，加热浓缩炭化，重复 2 ~ 3 次。再加入少量 HNO_3 加热，浓液呈黑色时，再加入少量的 HNO_3 继续加热。反复分解其中的有机物，一直到溶液呈淡黄色为止。在加热过程中，加入酸时要注意不要溢出杯外。将处理好的溶液转移到 100mL 容量瓶中，用水稀释到刻度。摇匀，按上述仪器工作条件进行测定。从标准加入法的工作曲线上查出待元素的含量。

罐头（Sb、Bi）

HG - AAS 法[121]

称取 10.000 ~ 15.000g 经捣碎的罐头样品于 100mL 细颈三角烧瓶内，用少量去离子水湿润，加入 5mL HNO_3 浸泡过夜。再加入 2mL H_2SO_4，上盖短颈漏斗后，置于可调电炉上低温徐徐加热至大量冒白烟为止。消化液呈透明色，移入 25mL 具塞刻度试管内，加入 2mL 预还原剂后定容。然后用电热氢化物原子吸收测定。

罐头（Sn）

FAAS 法[122]

称取一定量样品（准确至 ± 0.01g）置于 250mL 锥形瓶内（果汁和饮料量取 30 ~ 40g，含水量 50% ~ 70% 的食品取 20g，固体或半固体食品取 5 ~ 10g。样品中含油脂限制在 2 ~ 4g，总有机物约 5g 为宜），置于 120℃　烘箱内烘干。

将 30mL HNO_3 加入干样品锥形瓶内（当天消化）15min 后，缓慢加热消化，（防止崩沸）微沸消化到 3 ~ 6mL 或者近干，取下，立即加入 25mL　HCl 缓缓加热 15min，继续加热煮沸，直至 Cl_2 气体冒尽，仍加热消煮到剩余 10 ~ 15mL。加入约 40mL 水，摇匀，转入 100mL 容量瓶内，用约 10mL 水洗涤锥形瓶，并入容量瓶内。

将处理好的试样溶液，标准溶液以及 2 份空白溶液，分别吸取 1.0mL KCl，在室温下以水定容，过滤后置于干燥的聚丙烯小瓶内（30 - 50mL），拧紧螺口可保持数日不变。用 $N_2O - C_2H_2$ 火焰测定①。

注：①当心 $N_2O - C_2H_2$ 的点火和熄火手续，不得失误。

蘑菇罐头（Sn）

GFAAS 法[123]

称取 0.500g 样品于消化罐中，加 10mL　HNO_3，装好罐盖，放入微波炉中，按选择好的程序消解完毕，冷后开罐，挥发尽 HNO_3，将消解液以 1.2% 的 HNO_3 定容至 25.0mL，混匀待测①。

注：①用镧涂覆石墨管测定

芦笋罐头（As）

GFAAS 法[124]

将约 50g 样品于均质捣碎机中粉碎。

称取上述样品 10.000g 于 250mL 三角瓶中，加入 30mL　HNO_3，5mL　H_2SO_4，以及玻璃珠数粒，瓶口放置 50mL 的漏斗，于电热板低温处缓缓加热消解直到溶液澄清透明，移入 100mL 容量瓶，定容待测。

乳酪（Cu）

FAAS 法[125]

将准确称量约 1g 研细的乳酪置于 50mL 聚乙烯瓶中，加入 15mL　H_2O、5mL 氨水和 5mL　MIBK，将温度升高到 60 ~ 65℃，使其在 10min 内能够完全弥漫，冷至室温后，用水稀释至刻度，待测。

人造奶油（Cu、Ni、Pb）

萃取 – **FAAS** 法[126]

Cu、Ni、Pb 有机络合物混合标准使用液配制：吸取 10mL Cu、Ni、Pb 混合标准溶液①于 125mL 分液漏斗中，加酚红指示剂，以氨水（1 + 1）中和至橙色，加 APDC 固体少许（1 ~ 2mg），用 MIBK 30mL、20mL、20mL 萃取三次，萃取液并于 100mL 容量瓶中，加 MIBK 稀至刻度，混匀，此溶液含 Cu、Ni、Pb 各 10μg/mL。

称取在水浴加热熔化的样品 2g 共 5 份，置于 10.0ml 容量瓶中，分别加入 Cu. Ni. Pb 有机络合物混合标准使用液 0.00、0.50、1.00、3.00、5.00mL，加少许 APDC②固体，用 MIBK 定容至刻度，振摇 2min 萃取液导入火焰直接测定③。

注：① Cu、Ni、Pb 混合标准溶液含量为 1mg/mL（含 1% HNO_3）；

② APDC：吡咯烷二硫代氨基甲酸铵；

③ 采用标准加入法测定。

炼乳（Pb）

萃取 **AAS** 法[127]

称取约 25g（准确至 0.1g）样品于灰化皿中，于鼓风干燥箱中 120℃烘干过夜（样品必须彻底烘干，以防在高温炉中流动或飞溅）。放入 250℃高温炉中，以 50℃/h 的速度升温至 350℃，并保持至烟雾消失。然后以 75℃/h 的升温速度升温至 500℃（样品不能着火燃烧），在 500℃灰化 16h（过夜）。从高温炉中取出灰化皿，冷却，灰分应是白色无炭粒。若灰分含大量炭粒（呈灰色），按下述方法处理：用少量水湿润灰份，滴加 0.5 ~ 3mL HNO_3，电热板上蒸干，移入 250℃高温炉中，慢慢升温至 500℃，保持 1 ~ 2h。若仍未灰化完全，可再重复上述处理，直至得到无炭粒白灰①。

用 5mL 1mol/L HNO_3 溶解灰分，在电热板上加热可促使溶解。必要时可用 598 黑带滤纸过滤于 50.0mL 容量瓶中，再用 5mL 1mol/L HNO_3 洗涤器皿，滤纸两次，洗涤液并入容量瓶中，最后用 1mol/L HNO_3 定容混匀用 AAS 测定。②③

注：①若样品混有大量炭粒，尤其是灰分中含有大量 K 时，会引起局部温度过高或爆燃。

②全部玻璃器皿用 HNO_3（1 + 1）彻底清洗。

③不能在高温炉中“灰化” HNO_3，否则 Pb 会损失，可在电热板（或蒸汽浴）上蒸发灰化皿中的 HNO_3。

1.10 保健品及营养品类

保健品（Ca、Pb、Fe、Cu、Zn、Mn）

FAAS 法[128]

液体样品一般直接进样，固体、半固体样品精确称取 10.000g，置于烧杯中用 HNO_3 + $HClO_4$（4 + 1）消解后，冷却定容至 25.0mL。摇匀，用以测定 Pb、Fe、Cu、Zn、Mn。测定 Ca 时，取此溶液 5.0mL，加入 La 溶液（20g/L）定容至 10.0mL，混匀待测。

健脾益肾浸膏（Cu、Zn、Mn）

FAAS 法[129]

健脾益肾浸膏、冲剂每批样品称取 6 份（浸膏两批、冲剂一批），每份称取 0.400g 分别装在压力消解

罐内，加 2mL　HNO_3、4mL　H_2O_2、加盖旋紧，编号，放入烘箱中，140℃恒温 3h。自然冷却，为无色清亮透明溶液，用高纯水洗移入 10.0mL 容量瓶中定容，待测。同时作两分空白试验。

20 只小鼠随机分两组，对照组 10 只，用药组 10 只，以健脾益肾浸膏稀释剂代水灌喂，分 3 个阶段增加药液浓度，1～6 天 5%，7～12 天 10%，13 天以后为 15%，服药一个月，这期间未发现有异常现象。摘取小鼠眼球采血 0.5g 于压力消解罐内；处死小鼠立即取出肝、脾、肾脏，肃离附着结缔和脂肪组织，用少许离纯水冲洗干净，滤纸吸除水分，称湿重 0.3～0.5g，分别置于消解罐内，加 1mL　HNO_3，静置过夜，次日各加 4mL　H_2O_2，加盖旋紧，于烘箱中 130℃恒温 2 h。冷却，亦是清亮透明的消化液，高纯水冲洗，移入 10.0mL 容量瓶中定容，待测。同时作两份空白试验。

营养食品（Cu、Ca、Fe、Zn、Mg、Mn、Sr）

ICP－AES 法[130]

称取样品 1.000g 于高压消化罐中，加入 HNO_3　10mL 浸泡过夜，置于烘箱中于 140℃下消化 8h，冷却后，将消化液移入小烧杯中蒸发至近干，然后移入 10.0mL 比色管中，用水定容，混匀备用。

维生素及其它营养物（K）

FAAS 法[131]

将混匀的样品置于洗净的 Vycor 蒸发皿（Vycor 皿能容纳 5g 过滤纸浆）中，所取样品量视样品中金属元素的含量而定，通常制备 25.0 或 50.0mL 待测溶液。

将样品在 100℃烘箱内干燥过夜，（在微波烘箱内干燥 30min 即可）然后在电热板上加热至不冒烟为止。放入 525℃马弗炉内灰化（防止着火），待灰份变白或无游离碳为止。灰化一般为 3～5h，最多 8h，灰化后从马弗炉中取出。假如灰化后有游离碳或呈灰白色，可用少许水润湿灰份，再加入 0.5～3mL HNO_3 加热干燥后，再放入 525℃马弗炉内灰化 1～2h，直到达到要求为止（注意重复次数多时 K 可能损失）。将灰份溶于 5mL　1mol/L　HNO_3 中，加热 2～3min，使其溶解完全，将溶液转入 50.0mL 容量瓶中再用 (1 mol/L)HNO_3 处理灰份 2 次，最后用（1 mol/L）HNO_3 定容到 50.0mL。混匀备测。

蚂蚁（Ca、Zn、Cu、Co、Fe、Ni、K、Pb）

FAAS 法[132]

本方法除可以处理蚂蚁之外，尚可对蜈蚣、乌稍蛇、威灵仙、希签草、独活、木瓜等样品进行预处理。

将上述所有样品，用自来水多次冲洗，然后用蒸馏水冲洗，最后用二次蒸馏水多次冲洗，并除去外源性污染。置远红外烘箱 70～80℃烘干，粉碎备用。用电子电平称取 1.000g 于 25mL 瓷坩埚中，置于高温炉中 600℃下炭化、灰化 1h，除蚂蚁，蜈蚣外，其余样品均呈灰白色粉末，而蚂蚁、蜈蚣中有少许黑色颗粒，以 1.00mL HNO_3（1＋1），于电炉上缓缓蒸至近干，加 10 滴 $HClO_4$，继续加热至白烟冒尽，再于高温炉中相同温度下灼烧 0.5h。蚂蚁呈浅粉红色粉末，乌稍蛇样品呈浅灰兰色粉末即可。所有样品都加（1＋1）HNO_3　10 滴至不冒 CO_2 气体，用水溶解、洗涤、定容至 10.0mL，混匀备用。

蚂蚁（Ca、K、Na、Mg、Fe、Co、Mn、Ni）

FAAS 法[133]

实验所用蚂蚁采自新疆伊犁地区奇台县宽沟，雪岭云杉林草地，经鉴定为中亚林蚁。首先将蚂蚁进行分选，择出杂物，用自来水冲洗，再用去离子水冲洗干净，置于干燥箱 70～80℃烘干 1h。粉碎，备用。称取样品 1.000g 于 100mL 烧杯中，加 2mL HNO_3，5 滴 $HClO_4$，在电热板上加热至黄烟冒尽，加 H_2O_2

1mL，至溶液不冒泡且清亮为止，冷却后转移至 50.0mL 容量瓶中定容，混匀待测。Cu、Sr、Co、Ca、Ni、Cr、Pb 用火焰原子吸收法测定。K、Na、Li 用火焰发射光谱测定。Cd、Cr、Pb 用石墨炉原子吸收法测定。

中华鳖大补膏（Ca、Cu、Zn、Fe、Mn）

FAAS 法[134]

称取样品 10.000g，用 HNO_3 – $HClO_4$ 消化完全后，用水定容至 25.0mL。测定 Ca 时，取定容后的样液 5.0mL，用镧溶液（含量 20g/L 氧化镧）准确定容至 10.0mL，混匀备用。

丹参、红参、党参、苦参（Cr）

原子捕采—**FAAS 法**

取一定量市售丹参、红参、党参、苦参，用水充分洗净，放入烘箱中低温（60℃）下干燥 4～5h。称取以上各类样品 2.000g 置于烧杯中，分别加 20mL HNO_3 和 4mL $HClO_4$，浸泡过夜。在电热板上加热，直到样品完全消化，冒出白烟，取下冷却，用 HNO_3（5%）溶解，用水稀释到 100mL，摇匀待测。

羟甲基甲壳素（Cu）

FAAS 法[135]

称取干燥的羟甲基甲壳素（CM – Chitin）样品 1.500～2.000g 置于瓷坩埚中，在微火中炭化后，加入 2mL $Mg(NO_3)_2$（10%）和 2mL HNO_3，放入 650℃马弗炉中灰化 3h，取出冷却，加入 8mL HCl（1mol/L）浸取，加热煮沸至近干，加入 20mL 水，用氨水中和至 pH4～5，加 10mL 乙酸 – 乙酸钠缓冲溶液（pH = 4.5），移入 50.0mL 容量瓶中定容，摇匀后待测。

蜂蜜（Cu、Fe、Zn、Mn、Mg）

FAAS 法[136]

称取蜂蜜 10.000g 于 300mL 高型烧杯中，缓慢加入 20mL H_2SO_4，加热浓缩炭化。一次炭化不完全可反复进行 2～3 次。炭化完全后，加入少量 HNO_3 加热，溶液呈黑色时再滴加少量 HNO_3 加热，反复操作破坏有机物，直到溶液呈淡黄色为止。加热过程中注意不要使溶液溢出。将处理好的溶液转移到 100mL 容量瓶中，用水稀释到刻度，摇匀，按仪器工作条件进行测定，从工作曲线上查出待测元素的含量，再按公式计算求值。

阿胶（Hg）

冷 **AAS 法**

称取约 0.400g 样品，置于 50mL 比色管中，加 2mL HNO_3，2mL H_2SO_4 和 5%重铬酸钾 0.2mL，于沸水中加热消化约 1h 后，慢慢滴加 30% H_2O_2 至溶液澄清（大约用 5mL H_2O_2），于沸水中继续加热 30min 后，冷却，加水稀释至刻度，摇匀备用。

阿胶（Pb、Cu、Cr、Cd、As、Sb、Sn）

GFAAS 法[137]

称取约 1.000g 样品，置于 50mL 比色管中，加入 6mL HNO_3，0.5mL $HClO_4$，置于封闭可调节温度的电炉上加热消解（炉表面温度约 160 – 210℃）到剧烈反应时，慢慢滴加 0.5～2mL HNO_3，继续加热消化到冒白烟，冷却到室温（剩余液约 0.5mL），加 1% HNO_3 稀释至刻度，摇匀，备用。

灵芝孢子粉（Se、Ge）

GFAAS 法[138]

称取孢子粉 0.400g 于高压罐中，加 5mL　HNO_3，再加入 1mL　H_2O_2，置于 150℃烘箱中消解 6h，冷却后用水反复冲洗样品液于烧杯中，微热蒸干，最后加 5mL $Ni(NO_3)_2$①，用水定容至 25.0mL［1mg/mL $Ni(NO_3)_2$］。

注：①选用 $Ni(NO_3)_2$为测定 Se、Ge 的基体改进剂，可使吸光度明显提高，并可排除 Fe、Mg、Na、K、SO_4^{2-}的干扰。$Ni(NO_3)_2$ 的浓度为 1mg/mL。

珍珠（Si、Ca、Ag、As、B、Ba、Cd、Co、Cr、Cu、Fe、Mg、Mn、Mo、Ni、Pb、Zn、P、S、K）

ICP－AES 法[139]

取珍珠样品，去核，将珍珠层粉碎。

称取珍珠粉 1.000g，加 5mL HNO_3，用微波炉消化，溶解样品后，冷却，用双蒸馏水定容至 100mL 待测。（测定 Ca、Mg、K 时再将上述溶液稀释 1000 倍再进行测定。）

鲨鱼软骨（Se、Fe、Zn、Cu、Mn、Mo、Ti、Sr）

ICP－AES 法[140]

样品来源：从市场购买的块状鲨鱼软骨和从美国、澳大利亚进口的鲨鱼软骨胶囊。

样品处理：从市场购制的鲨鱼软骨经蒸馏水冲洗 4 次，在室温晾干，剪细、在 105℃烘 2h，磨成粉备用，称取备用的鲨鱼软骨 0.500g 左右于聚四氟乙烯罐中，加 6mL HNO_3，按上述微波分解条件制样。进口的鲨鱼软骨胶囊除去胶囊外壳后作同样处理。试液定容至含鲨鱼软骨 20mg/mL，保存在塑料瓶中作贮存液备用。取同样的 HNO_3 作同样的处理留作空白试液。

移取贮存液 5.0mL 于 10.0mL 容量瓶中，加 2.50μg/mL　Y 1mL，稀释至 10.0mL。用三标准定校正曲线，其相关系数都在 r = 0.9995 以上。以 Y 371.030nm 作内标分析线，按仪器工作条件用 ICP－AES 方法测定。

花粉（Cu、Mn、Ni）

GFAAS 法[141]

称取经空气干燥的花粉样品①0.500g 于带盖的石英锥形瓶中，先滴加少许水湿润样品，然后加入 5mL HNO_3 或 H_2SO_4，继续消化样品至呈无色并冒大量白烟为止，冷却后用 1%　HCl（或 1% HNO_3）定容至 10.0mL，摇匀，转移至聚乙烯瓶中保存备用。

注：①花粉干燥的制备：在 90－95℃下烘干 24h 处理过的花粉。

舒仲花粉精（Se）

AFS 法[142]

称取样品 0.500～5.000g 于 50～100mL 锥形瓶中，加入 $HNO_3 + HClO_4 = 4 + 1$ 混酸 5～10mL，并加几粒玻璃珠，摇匀放置过夜。次日，置于电热板上加热消化，直至消化呈淡黄色或无色并冒白烟，当余液量为 2mL 左右时，取下冷却，用水定容至 10.0mL 比色管中，加 2mL HCl，铁氰化钾溶液 1mL，混匀待测。

板栗叶（Mn、Zn、Cu、Fe）

FAAS 法[143]

从野外采集来的样品，先用清水清洗，再用去离子水冲洗，于通风处凉干，在鼓风干燥箱（60～70℃）烘干至脆，搓碎，磨细至 20 目，用玻璃瓶或塑料瓶保存。用沸水萃取板栗叶中的有益微量元素，经过滤后定容。

称取试样（保存在玻璃瓶中的样品）1.500g 于 250mL 锥形瓶中，加沸蒸馏水 200mL，立即移入沸水浴中，浸提 1h（定时摇动），浸提后立即趁热过滤于 250mL 容量瓶中，残渣用少量热蒸馏水洗涤 2～3 次，冷却后，用蒸馏水定容至刻度。用原子吸收法测定板栗叶中的 Zn、Cu、Mn、Fe。

人参（Ge）

分光光度法[144]

称取烘干研磨细的人参样品 1.000g，置于 50 mL 坩埚内，于 600℃灰化 1h 以上，冷却，用 30 mL 蒸馏水溶解，转移至 100 mL 烧杯中，在搅拌下加热至 60℃，使坩埚内的灰化物完全溶解，调节 pH = 3.0～4.5，离心分离沉淀，取清液置于 50.0 mL 容量瓶中，定容，摇匀，待测。

取待测液 10.0 mL，置于 100 mL 分液漏斗中，加入 30 mL 浓 HCl 及 10 mL 四氯化碳，剧烈振摇 5min，放置 5min 后，将四氯化碳层移至另一分液漏斗中，加 10 mL 蒸馏水，振摇 5min，将水层转移至 50.0 mL 容量瓶中，四氯化碳层再用 10 mL 蒸馏水萃取一次，水层合并于 50.0 mL 容量瓶中，加入 6 mol/L HCl 10 mL、12.25%聚乙烯醇溶液 5 mL、0.04%苯芴酮溶液 10 mL，用蒸馏水定容至 50.0 mL，振摇 20s 后于室温下放置 30min，在相同条件下做空白对照，在波长 506nm 处测定溶液吸光度，与校准曲线对照，得到样品中有机锗的含量，同时作回收实验。

西洋参（K、Ca、Mg、Na、Fe、Al、Cu、Mn、Sr、Zn、Ni、Co、Mo、Se）

FAAS、GFAAS 法[145]

取 4 年生整株西洋参和根下土壤。分须根、主根、根茎（芦头）、茎杆、叶、果、种子 7 个部位，用自来水、蒸馏水、去离子水洗净，与土样一并置恒温箱内 50℃烘干，瓷乳钵研成粉末，备用。

称取 1.000g 样品于消化管中，加 4mL $HNO_3 + HClO_4 = 3 + 1$ 放置过夜。预消化后，将管插入高压湿法消化器中，加温 170～180℃消解至溶液呈浅黄绿色为止。加适量 HCl 溶解沉淀，并使 Se^{6+} 还原，消解液定容 10.0mL。

测定 K、Na、Al、Sr 时，在溶液中加消电离剂 $SrCl_2$ 使其浓度为 400μg/mL。测定 Ca、Mg 时，加入 La_2O_3 使其浓度为 5mg/mL 消除干扰。

绞股兰（Na、Cu、Fe、Zn、Mn、Ca、Mg、K、Sr、Pb、Cd、Cr、As、Co、Ni、Mo、Ge、Se、Li、Sn）

FAAS、GFAAS 法[146]

实验用绞股兰采自湖南武冈县云山野生整株绞股兰，将地下茎、茎及叶分开，置于 80℃烘箱中加热烘干，冷却后捣碎研细。称取 1.000g 样品于 100mL 三角瓶中，加入 20mL HNO_3 在电热板上低温加热消化至只剩余酸约 5mL，取下冷却，后加 1mL $HClO_4$，继续消化至冒 $HClO_4$ 白烟。溶液清亮无色，稍稍升高温度，加热消化至溶液近干，冷却后加入 2mL HNO_3（1%）微热溶解残渣，用 HNO_3（1%）分次洗出内容物，最后定容至 10.0mL。当测定 Ge 和 K 时，采用 HNO_3 制备样品溶液。

用火焰原子吸收法测定 Cu、Fe、Zn、Mn、Ca、Mg、K、Na、Sr。测定 Ca、Mg 时，加入 1mg/mL Sr，

用石墨炉原子吸收法测定 Pb、As、Co、Se、Ge 时应加入等体积的 1mg/mL　Pd，测定 Sn 时加入 0.5% 的 $Ca(NO_3)_2 \cdot 4H_2O$等作为基体改进剂，同时测定 As、Ge、Se 时使用锆涂层石墨管。

蒜头、茶叶、大米（Se）

单缝石英管 – **FAAS** 法[148]

将蒜头、茶叶、大米在 120℃烘箱内烘干，冷却研细，储存于广口瓶中备用。

称取大米 2.000g 于消解器中，加入 8mL HNO_3，2.5mL　$HClO_4$。密闭容器，置于烘箱内，在 150 ~ 160℃消化 60 ~ 90min，冷却，打开消解器，将消解液转移入 100mL 烧杯内，于电热板上加热，至冒 $HClO_4$ 白烟，冷却用 0.5mol/ HCl　5mL 溶解残渣，并转移至 10.0mL 容量瓶中，加入 1.7mL 6mol/L　HCl，用水稀释至刻度，摇匀。最终酸度为 1mol/L。

对于蒜头准确称取 2.000g，栗叶称取 1.000g 于消解器中，操作同大米。

大蒜素粉（Sr、K、Mn、Cu、Zn、Pb、Ba、Co、Ca、Mg、Fe、Mo、Na、Al、Ti、Cr、P、B、V）

ICP – AES 法[147]

称取 1.000g 大蒜素粉于小瓷坩埚内，在电炉上碳化，然后再放入马弗炉内灰化，灰化温度控制在 500℃，灰化 4h，取出观察若样品呈白色或灰白色则说明灰化完全，（若仍有黑色或灰黑色可再灰化）。灰化后的样品，加 4mL HCl（1 + 1 V/V）加热溶解，用二次水定容至 10.0mL 容量瓶中，摇匀待测。

大蒜素粉主要成份有蒜氨酸、蒜辣素、大蒜新素等含 S 化合物，蛋白质含量较高采用 $HNO_3 – HClO_4$ 消化法酸用量大，反应剧烈，需先脱脂，故用本方法，消化简单，污染元素少。

大蒜、蕨麻、枸杞（Ge）

HG – AFS 法[149]

将待测样品经恒温干燥后粉碎均匀，准确称取 5.0g 于锥形瓶中，加入 50mL　HNO_3 和 3mL　H_2SO_4，盖上表皿放置过夜。次日置于电热板上低温消解，待溶液冒白烟时，取下稍冷后缓缓加入 1mL　H_2O_2，加热，重复两次，以除去残留的 HNO_3。取下锥形瓶稍冷后加入 5mL　H_3PO_4 和 2mL　50g/L[①]　酒石酸溶液，转移到 25.0mL 容量瓶中定容，同时做试剂空白实验。

移取 0.00，2.50，5.00，7.50，10.00，12.50，15.00mL 的 0.5mg/L 储标准溶液于一系列 25.0mL 容量瓶中，加入 5mL H_3PO_4 和 2mL 50g/L 酒石酸溶液，用水稀释至刻度。摇匀，待测。

注：①酒石酸溶液是作为掩蔽剂，增加了 Ge 的灵敏度。

1.11 其它

豆油（Cu、Fe、Mg、Ca、K）

FAAS 法[150]

称取 0.500g 豆油，置于低温灰化装置中灰化，灰化后向灰分中加入 1 ~ 2mL HCl 溶解残渣。将溶液移至 10.0mL 容量瓶中，用水稀至刻度，摇匀待测。

食用油脂（Cu）

微波消解 – **GFAAS** 法[151]

称取 0.500g 左右样品三份于高压罐中，分别加入 6.0mL　HNO_3，置放 0.5h，然后加入 1.0mL　H_2O_2，轻轻振摇，依次加盖、套，拧紧，置于微波炉，按设置程序进行消解[①]。将消化好的样液转移至 25.0mL

容量瓶中，用去离子水定容。同法做试剂空白，待测②③。

注：①食用油脂含脂肪较高，属于难消解样品，较一般样品更需要更高的压力和温度，所以选用高压罐进行消解。为防止样品在消化过程中气体副产物的积累，称样量应控制在 1g 以内，本实验选择在 0.4～0.6g 之间。

②微波消化体系及用量的自动选择

微波样品制备常用 HNO_3、HF、H_3PO_4、HCl－HNO_3 混合酸、HNO_3－HF 酸混合酸等。考虑到各种酸对石墨炉测定的影响，本实验选用 HNO_3 作为消解主试剂，选择过 H_2O_2 作为辅助试剂。经实验证明，对于 0.500g 左右的样品，使用 3～4mL HNO_3、0.5mL H_2O_2 消解液显浑浊，消解不完全；而取 6mL HNO_3、1mL H_2O_2 消解效果比较好。

微波消解程序的选择

食用油脂样品有固体、液体、半粘稠状等，其脂肪等含量比较高，采用常规的微波消解条件很难消解完全。根据其样品特性，探讨摸索了适用各种食用油脂样品消解程序。实验表明，采用 600W、30min 消化条件比较适合各种食用油脂样品。

为更好控制消化过程中激烈发热反应的产生，采取在低功率下预反应的方法，再分步达到所需功率。

③本方法适用于大豆油、猪油、人造奶油、牛油、棕榈油等样品。

植物油（As）

微波灰化－**AFS** 法[152]

称量样品 2.000g，置于 50mL 坩埚中，加 4g $Mg(NO_3)_2$，0.4g MgO，放入微波灰化炉中①，小心关上炉门，先在 350℃下碳化 5min，再继续升温至 650℃ 灰化 30min，取出冷却，用 HCl（1＋1）分数次溶解灰分，并转移到 25.0mL 的比色管中，同时作试剂空白。

测定时在空白和样品溶液中加入 5mL 硫脲＋抗坏血酸混合液②，再用 定容至刻度，混均，放置 30min 后，测定其萤光强度。

注：①由于 As 在灰化时容易损失，因此加入 $Mg(NO_3)_2$，及 MgO，一则可促使灰化，二则可将可能升华的 As_2O_3 被覆盖在样品表面的 MgO 固定下来，减少了 As 的损失。

（2）硫脲、抗坏血酸混合酸：称取 5g 硫脲，加约 80mL 纯水，加热溶解，待冷却后加入 5g 抗坏血酸，稀释至 100mL。

植物油（Mg、Ca）

微量进样－**FAAS** 法[153]

豆油、棉仔油和芝麻油均取自榨油厂成品油。

称取 1g 油样（精确至 0.001g），置于 100mL 石英烧杯中，盖上表皿，于 100℃ 恒温 1h 后，升温至 480℃①，恒温 5h，灰化后的样品呈灰白色粉末，加 2mL HNO_3 和 0.2mL $HClO_4$，在电热板上赶酸（200℃）至近干，用水定容 5.0mL 待测，同时做空白试验②。

注：①为确保 Ca、Mg 在灰化时不损失采用 480℃灼烧。

②进样量大于 50μL 时，火断然猝灭，故适用进样量为 20μL，进样时间为 3s。

膨化食品（Cu、Zn、Mg、Fe、Ca、K、Na、Mn、Sr、Li）

GFAAS 法[154]

称取大米膨化食品，约 2.000g 置于瓷坩埚中，在电炉上碳化后移入马弗炉在 500－550℃下灰化完全，取出，加 1mL HNO_3（1＋1），在电炉上微沸溶解残渣，冷却，移入 100mL 容量瓶定容。

鸡蛋（Cu、Pb、Cd）

FAAS 法[155]

将鸡蛋去壳用打蛋器打成均匀浆状，称取 10.000g 置于 250mL 三角瓶内，加入 10mL H_2SO_4，瓶口盖一只漏斗，漏斗内放一粒玻璃珠，静置浸泡过夜。次日，加入 15mL HNO_3 在低温（150℃）电热板上消解样品。当出现炭黑时，小心滴加 HNO_3直至溶液透明呈微黄色，继续升温消化直至冒白烟并蒸发至 0.5mL 为止（不要蒸干）。冷却后，用水转入 25.0mL 容量瓶中，定容，摇匀，过滤待测，同时做空白溶液。

松花皮蛋（Pb）

GFAAS 法[156]

随机取有代表性的 3 个松花皮蛋，去壳后放入高速组织捣碎机内，充分捣碎均匀，称取 4.000g 样本，置于 30mL 瓷坩埚内，加入 1mL HNO_3，在可调电炉上炭化，当不冒烟时放入高温电阻炉内于 550℃炭化 4h。取出冷却，用 10mL 10%　HNO_3 溶液溶解灰分，用水转移至 50.0mL 容量瓶内，用水定容，摇匀，用定量滤纸过滤到塑料瓶内，作为待测溶液，同时制备试剂空白。

糖（Cr）

AAS 法[157]

首先将一定量糖样，溶解于水中，制成均匀的糖溶液，备用。

取上述糖溶液 1.0mL 置于 5mL 硬质玻璃皿中，干燥后在氧等离子体低温灰化器中灰化。灰化温度控制在 150℃以内，灰化 3h。将样品转移到 450℃ 马弗炉中灼烧 30min。精糖加热时间可能要长些，冷却，将灰化物用 1mL 1.2mol/L 的 HCl 溶解，定容待测。

白砂糖（Cu、Pb）

FAAS[158]

称取 50.000g 样品于 100mL 容量瓶中，加水溶解并定容至刻度，摇匀备用①移取此溶液 5.0mL 于 10.0mL 容量瓶中，用水稀至刻度，连用 Cu 、Pb 标准系列依次测定①。

注：①采用标准加入法测定。

富铬酵母（K、Fe、Zn、Cr、Cu、Mn、Co、Ba、Sr、V、Na、Mg、Ca）

ICP – AES 法[159]

测定的样品系本实验室培养的富铬酵母和普通酵母干粉。酵母菌在含有 100、50 和 10μg/mL，酵酸铬的培养基中培养 48h，生成富铬酵母，富铬酵母离心后，经多次反复淋洗直至淋洗液中不能检出铬，然后置于 60℃烘箱中烘干。富铬酵母和普通酵母的样品称得量为 0.100g，用（4 + 1）的 HNO_3 – $HClO_4$ 消化样品，然后用去离子双蒸水定容至 10.0mL 待测。

标准参考物质牛肝 NBS – 1577a 和马肾 IEAE – H – 8 的处理方法与样品同。

酵母（As、Cd、Pb、Cu、Hg）

ICP – AES 法[160]

准确称取 12g 试样置于容积为 70 mL 的聚四氟乙烯高压罐中，加入 4 ~ 8 mL　HNO_3 及 2 ~ 4 mL $H_2O_2$①，拧紧消化罐并放入恒箱中。当温度升至 120℃后恒温 2h。取出冷却至室温，以水转移 50.0mL 容量瓶中定容，摇匀，备用②。

注：①$HNO_3 + H_2O_2 = 6 + 4$ 时，消解效果最好。

②因用 ICP－AES 测定 Hg 达不到要求，故用 AAS 法，将消化好的样品液分取 10mL，加入测试仪的翻泡瓶中，再加入 2mL $SnCl_2$（10%）与标准系列同时测定。

酵素菌肥（K、Ca、Mg、Cu、Fe、Zn）

FAAS 法[31]

称取酵素菌肥（湿样）1－2g（精确至 0.001g）置于瓷坩埚中，加入 5mL HNO_3，在 150℃左右进行氧化，蒸至近干将坩埚置于马弗炉中 520℃　灰化 4h。若灰化不完全，可取出加入 HNO_3 少许，重新烘干后继续灰化至完全。

将灰化后的样品取出冷却，用 5mL HNO_3（1＋1）溶解，用水定容至 100mL，过滤后备用。同时制备试样空白溶液。测定 K、Mg、Cu、Fe、Zn。

测定 Ca 时须加入 $La(NO_3)_2$（2%）溶液作为基体改进剂。

高蛋白棉仁粉（Se、As）

FIA－HG－GFAAS 法

称取 0.500～1.000g 干燥无毒高蛋白棉仁粉置于三角烧瓶中，加入 10mL 混酸（$HNO_3 + HClO_4 = 4 + 1$）加盖放置过夜，次日再加 1～2mL 混酸，盖上小漏斗，缓缓加热分解。当溶液开始发亮，变清，升温加热到 $HClO_4$ 冒白烟，剩余几滴溶液时，加入 10mL　HCl 微沸，取下冷却后定容。

食盐（Cu、Zn、Fe、Cd）

萃取－FAAS 法[35]

称取于 230℃烘过的食盐样品 2.000－5.000g 在加热条件下溶于 1mL HCl（1＋1）中，用水定容至 50.0mL，取此液 20.0mL 置于 50.0mL 比色管中，加入缓冲溶液①40mL，1，10－二氮杂菲　3mL，高氯酸钠 2.0mL，抗坏血酸（0.1%）1mL，摇匀。加入 1，2－二氯乙烷 3mL，萃取 5min，静置分相。

注：①乙酸－乙酸钠缓冲溶液：按 $NaOAc + HAc = 14.1 + 5.9$ 配成缓冲液。

食盐（Rb、Cs）

FAAS 法（t－BAMBP①萃取）[101]

称取试样 10.000g，用约 3mL 水溶解，溶解完毕后，移入 50.0mL 容量瓶中，以水定容，混匀。澄清后，移取上清液 15.0mL 于 60mL 分液漏斗中，加入 2.5mL NaOH（20%）加入约 20mL，混匀，加入 t－BAMBP—环已烷溶液①20mL 振荡 2min。静置分层后，水相转入另一只 60mL 分液漏斗中，加入 t－BAMBP—环已烷溶液 20mL 振荡 2min，分层后弃去水相，有机相合并于分液漏斗中，往有机相加入 5mL HNO_3（1＋1）振荡 1min，水相转入 100mL 容量瓶中，再往有机相中加入 5mL HNO_3（1＋1）振荡 1min，水相合并于上述 100mL 容量瓶中，以水定容，混匀。

从上述溶液中移取 10.0mL 置于 50.0mL 容量瓶中，加入 5mL　K_2O，1mL　HNO_3（1＋1），以水定容，混匀，待测。

注：①t－BAMBP—环已烷溶液（1M）：取 130g t－BAMBP 用环已烷稀释至 500mL。于使用前用 5% NaOH 萃取数次、水萃取数次，有机相备用。

参考文献

[1] 美国公职分析家协会，AOAC 分析方法手册（上册），1985，599～600

[2] 美国公职分析家协会，AOAC 分析方法手册（上册），1985，801 ~ 802
[3] 张卫国，何昭明．环境与健康杂志，1992，9（增刊一）：32 ~ 34
[4] 宋定波，张绵身，李书香．环境与健康杂志，1993，10（增刊一）：21 ~ 23
[5] 彭玉魁，李菊英，刘拉平．第五届全国原子光谱分析学术报告会论文集，1996：61
[6] 美国公职分析家协会，AOAC 分析方法手册（上册），1985，801 ~ 802
[7] 魏巧爱．环境与健康杂志，1992，9（增刊一）：29 ~ 31
[8] 毛红，杨志滨．微量元素研究进展（第二辑）．北京：万国学术出版社，1997：165 ~ 166
[9] 中华人民共和国国家标准 GB/T　12396 - 90 食物中 Fe、Mg、Mn 的测定方法 原子吸收光谱法，1990：599 ~ 603
[10] 邹明强，贾睿，曲忠文．光谱与光谱分析，1998，18（4）：457 ~ 460
[11] 毛红，王心宇．微量元素研究进展（第一辑）．北京：化学工业出版社，1995：148 ~ 150
[12] 光谱学与光谱分析编辑部．原子吸收分析方法，1982：174 ~ 175
[13] 靳雪梅，刘素华．现代仪器使用与维修，1997（6）：23 ~ 26
[14] 孙玉岭，王玉萍，卫锋．微量元素研究进展（第二辑）．北京：万国学术出版社，1997：167 ~ 168
[15] 孙玉岭，卫锋，陈明生．第三届全国仪器分析样品及药物预处理研讨会论文集，1998：18 ~ 21
[16] 沈志武，董银根，沈惠君．光谱学与光谱分析，2000，20（3）：390 ~ 392
[17] 彭新然．光谱仪器与分析，49（4）：39 ~ 43
[18] 李冬梅，郑丽红．光谱仪器与分析，2001，（3）：28 ~ 29
[19] 彭新然．光谱仪器与分析，2001，（4）：39 ~ 44
[20] 阎军，杨光．微量元素研究进展（第一辑）．北京：化学工业出版社，1995：145 ~ 147
[21] 区红，梁桦，龙龚玲．分析实验室，1995，14（5）：66 ~ 69
[22] 美国公职分析家协会，AOAC 分析方法手册（上册），1985：851 ~ 852
[23] 三岛昌夫（日）艾有年等译，环境样品中痕量金属的测定 ~ 试样处理．北京：北京大学出版社，1986：34 ~ 36
[24] 美国公职分析家协会，AOAC 分析方法手册（上册），1985：855
[25] 朱志国，贾玉玺，吴忠忱．光谱学与光谱分析，1996，16（1）：117 ~ 120
[26] 何斌．第五届全国原子光谱分析会议，1996：143
[27] 仰蜀薰，田慧敏，孙炳耀．分析实验室，1995，14（4）：13 ~ 17
[28] 李梅，蔡宁，曹亚萍．塞曼火焰原子吸收光谱应用手册．北京：地质出版社，1996：69
[29] 李梅，蔡宁，曹亚萍．塞曼火焰原子吸收光谱应用手册．北京：地质出版社，1996：181
[30] 李梅，蔡宁，曹亚萍．塞曼火焰原子吸收光谱应用手册．北京：地质出版社，1996：224
[31] 李萍，郭健．微量元素研究进展（第二辑）．北京：万国学术出版社，1997：169 ~ 170
[32] 胡圣虹，帅琴，邱海欧．第五届全国原子光谱分析学术报告会论文集，1996：159．
[33] 周密刚，彭喜雨，陶锐．光谱学与光谱分析，1992，12（3）：97 ~ 100．
[34] 张明英，田菊华．光谱学与光谱分析，1993，13（4）：97 ~ 98
[35] 张勇，潘浩，范文标．理化检验，1997，33（3）：127
[36] 刘明，刘虎生，王耐芬等．光谱学与光谱分析，1998，18（5）：583 ~ 586
[37] 于建国．现代实用仪器分析方法．北京：中国林业出版社，1994：22．
[38] 李玉珍，邓宏筠．原子吸收分析应用手册．北京：北京科学技术出版社，1990：304 ~ 307．
[39] 曾得国．光谱学与光谱分析，1991，11（4）：47 ~ 49
[40] 舒永红，牟德海．光谱学与光谱分析，1998，18（6）：703 ~ 706

[41] 张宝川，侯琴，王德贵. 微量元素研究进展（第一辑）. 北京：化学工业出版社，1995：174～176
[42] 邹淑仙，敖登高娃，赛音. 分析实验室，1995，14（6）：45～48
[43] 李玉珍，邓宏筠. 原子吸收分析应用手册. 北京：科学技术出版社，1990：204～205
[44] 宋家铨，王新华，舒泉晔. 理化检验（化学分析），1997，33（12）：558
[45] 于建国. 现代实用仪器分析方法，北京：中国林业出版社，1994：50～51
[46] 侯庆华，光谱学与光谱分析，1994，14（3）：97～100
[47] 周晓萍，吴士定，郁欣. 环境与健康杂志 1993，10（增刊）：26
[48] 孙润泰，于波，王永革. 微量元素研究进展（第二辑）. 北京：万国学术出版社，1997：136～137
[49] 于建国. 现代实用仪器分析方法 . 北京：中国林业出版社，1994：75
[50] 于建国. 现代实用仪器分析方法 . 北京：中国林业出版社，1994：76～77
[51] 刘敏，孙广业. 环境与健康杂志，1992，9（增刊一）：13
[52] 朱志国，郭宝军，吴明森等. 光谱学与光谱分析，1996，16（3）：116～118
[53] 吴芳英，黄坚锋，嵇志琴. 分析方法上册，1997，25（12）：1413～1416
[54] 美国公职分析家协会，AOAC 分析方法手册（上册），1985：808～809
[55] 刘立珍，李金，杜维珍 . 分析仪器，1999，（2）：36～39
[56] 王淑俊，光谱学与光谱分析，1998，18（2）：227～229
[57] 刘立珍，李金，杜维珍 . 分析仪器，1999（3）：26～32
[58] 杨君，张耀亭，张海雷. 环境与健康杂志，1993，10（增刊一）：25～30
[59] 梁培红，李安模. 光谱学与光谱分析，20（1）：61～63
[60] 王春，秦永惠. 分析化学，28（3）：393
[61] 李梅，蔡宁，曹亚萍. 塞曼火焰原子吸收光谱应用手册. 北京：地质出版社，1996：357
[62] 黄财标 . 中国茶叶加工，2000（3）：31～34
[63] 邓亦锋 . 理化检验（化学分析），1994，33（12）：553～555
[65] 李梅，蔡宁，曹亚萍. 塞曼火焰原子吸收光谱应用手册. 北京：地质出版社，1996：132
[66] 贾斌 ，刘继红. 光学仪器与分析，2001，47（2）：58～61
[67] 张国文，张涵，刘永华等. 光谱学与光谱分析，1997，17（1）：74～78
[68] 肖怡林，李聪 . 微量元素研究进展（第二辑）. 北京：万国学术出版社，1997：213～214
[69] 刘红望，彭新凯，包罗生 . 光谱学与光谱分析，1994，14（5）：89～90
[70] 于建国. 现代实用仪器分析方法 . 北京：中国林业出版社，1994：52～53
[71] 邱洪久，景立新，杨丽军. 分析实验室，1994，13（4）：92～93
[72] 董银根，苏志蔚，沈惠君. 光谱学与光谱分析，1994，14（2）：109～112
[73] 孙晓娟，中国无机分析化学文摘 . 北京，冶金工业出版社，1997，14（1）：72
[74] 郭庆斌，郑奇民. 第五届全国原子光谱分析会议论文集，1996：140
[75] 刘婷琳，唐迪宝. 光谱仪器与分析，2001，46（1）：6～7
[76] 武兴德，何宏巨，薛颖. 光谱学与光谱分析，14（3）：67～70
[77] 武兴德，朱雨杰. 现代仪器，1998，（5）：18～21
[78] 朱雨杰，武兴德 . 微量元素研究进展（第二辑）. 北京：万国学术出版社，1997：159～162
[79] 张洪权 . 微量元素研究进展（第二辑）. 北京：万国学术出版社，1997：195～197
[80] 王加林，李祖碧，杜超 . 微量元素研究进展（第二辑）. 北京：万国学术出版社，1997：126～127
[81] 黄昀，肖广全. 四川环境 2001，20（1）：65～66
[82] 钟其云. 分析实验室，1993，12（3）：50～51

[83] 齐广才，刘珍叶，刘侠．分析实验室，2002，21（增刊）：136～137
[84] 方赤光，李青，李愧春．应用化学，13（3）：113～114
[85] 吕光灿，第二届 AAS 和紫外光谱学术交流会论文集（内部），6～8
[86] 朱雨杰，武兴德，世界元素医学，4（3）：45～47
[87] 李玉珍，邓宏筠．原子吸收分析应用手册．北京：科学技术出版社，1990：201～203
[88] 康远干．分析试验室，21（增刊）：145
[89] 冯冰玉．光谱学与光谱分析，1991，11（5）：68～70
[90] 刘武平，李银玉．痕量分析，1989，5（4）：60～64
[91] 李玉珍，邓宏筠．原子吸收分析应用手册，北京：科学技术出版社，1990：207～208
[92] 阎军，曹建中．微量元素研究进展（第二辑）．北京：万国学术出版社，1997：149～151
[93] 陈燕红，刘建平．微量元素研究进展（第一辑）．北京：化学工业出版社，1995：151～153
[94] 孙玉岭，陈明生，王玉萍．光谱学与光谱分析，1999，19（4）：601～603
[95] 冯大和，余碧钰，程玉龙．光谱实验室，2001，18（5）：682～684
[96] 姚金玉，胡庆兰，谢文兵．光谱与光谱分析，1994，14（5）：69～72
[97] 李玉珍，邓宏筠．原子吸收分析应用手册，北京：科学技术出版社，1990：238～240
[98] 马永安，刘彤，李洪．分析化学，1997，25（12）：1382～1385
[99] 美国公职分析家协会，AOAC 分析方法手册（增补篇）：21
[100] 周庆珍．微量元素研究进展（第一辑）．北京：化学工业出版社，1995：158～161
[101] 汪明礼，章志钊．光谱仪器与分析，1998，(1)：24
[102] 叶水英，于建国．微量元素研究进展（第一辑）．北京：化学工业出版社，1995：269～271
[103] 张优珍．分析测试仪器通讯，6（1）：56～58
[104] 于建国．现代实用仪器分析方法．北京：中国林业出版社，1994：14～16
[105] 于建国．现代实用仪器分析方法，北京：中国林业出版社，1994：18～20
[106] 任萍，周丽沂．分析化学，1998，26，(4)：422～424
[107] 陈友炜．微量元素研究进展（第二辑）．北京：万国学术出版社，1997：238～239
[108] 李梅，蔡宁，曹亚萍．塞曼火焰原子吸收光谱应用手册．北京：地质出版社，1996：177
[109] 于建国．现代实用仪器分析方法．北京：中国林业出版社，1994：21～22
[110] 张金彪，王玉从．分析实验室，1996，15（1）：37～42
[111] 李梅，蔡宁，曹亚萍．塞曼火焰原子吸收光谱应用手册．北京：地质出版社，1996：214
[112] 中国光学学会光谱专业委员会篇，分析样品的预处理．北京：北京大学出版社，1985：562
[113] 李梅，蔡宁，曹亚萍．塞曼火焰原子吸收光谱应用手册．北京：地质出版社，1996：23
[114] 中国食品工业标准汇编．内禽蛋及其制品卷．北京：中国标准出版社，1999：259～261
[115] 中国食品工业标准汇编．肉禽蛋及其制品卷．北京：中国标准出版社，1999：256～257
[116] 中国食品工业标准汇编．肉禽及其制品卷．北京：中国标准出版社，1999：253～255
[117] 马卫兴．分析实验室，1995，14（3）：44～46
[118] 崔胜锐，刘春农．分析实验室，1994，13（1）：72～74
[119] 王大宁，邹明强，谢淑娟．光谱学与光谱分析，1991，11（6）：41～44
[120] 李玉珍，邓宏筠．原子吸收分析应用手册．北京：科学技术出版社，1990：206～207
[121] 张小珠，吴清蒙．光谱学与光谱分析，1991，11（5）：68～70
[122] 曲善慈等译．美国公职分析家协会，AOAC 分析方法手册（增补篇），1988：18～19
[123] 杨方．国外分析仪器技术与应用，1996：467～70

[124] 薛平，付英文. 理化检验（化学分册），2000，36（3）：112～114
[125] 李玉珍，邓宏筠. 原子吸收分析应用手册. 北京：科学技术出版社，1990：208～209
[126] 刘翠英 ，陆德胜。环境与健康杂志，（1993），10（增刊）：51～52
[127] 美国公职分析家协会，AOAC 分析方法手册（上册），1985：829～830
[128] 刘素华，靳雪梅. 现代仪器，1997，(6)：46
[129] 成立华，陈文为，文健等. 微量元素研究进展第一辑，北京：化学工业出版社，1995：120～122
[130] 鲍捷，南颖，郝琳 . 微量元素研究进展（第一辑）. 北京：化学工业出版社，1995：156～157
[131] 曲善慈等译，美国公职分析家协会，AOAC 分析化学方法手册（增补篇），1988：59～60
[132] 李正宇，张慧萍。微量元素研究进展（第二辑）. 北京：万国学术出版社，1997：63～64
[133] 刘建平，钱秀英. 第三届全国仪器分析与样品及药物预处理研讨会论文集，1998：21～22
[134] 靳雪梅，刘素华. 现代仪器使用与维修，1997，(6)：35
[135] 陈利根，张丽娟，刘燕. 理化检验，1997，33（12）：59
[136] 李玉珍，邓宏筠. 原子吸收分析应用手册. 北京：科学技术出版社，1990：200～201
[137] 董顺玲. 光谱学与光谱分析，1996，16（6）：91～98
[138] 周林爱，曹民杰，汤 楠. 分析试验室，2001，20（4）：87～89
[139] 揭新明，侯霞，王慧. 世界元素医学，1997，4（3）：27～29
[140] 邓必阳，张展霞. 光谱学与光谱分析，1998，18（5）：570～575
[141] 胡昌媛，陈良璧，曾曙. 痕量分析，1985，(3～4)：86～89
[142] 阎军，王宏毅，黄济民. 微量元素研究进展（第二辑）. 北京：万国学术出版社，1997：177～180
[143] 樊祥熹. 微量元素研究进展（第二辑）. 北京：万国学术出版社，1997：218～219
[144] 钟惠民，袁瑾，李凤起. 光谱实验室，2002，19（6）：838～839
[145] 杨世杰，张连芝，张甲生. 微量元素研究进展（第一辑）. 北京：化学工业出版社，1995：130～132
[146] 李新风，邓世林，郭小林. 分析实验室，1995，14（3）：73～76
[147] 张志忠，管正学，田晓娅 . 第五届全国原子光谱分析学术报告会论文摘要，1996：90
[148] 张明英，袁兰珍，田菊华 . 光谱学与光谱分析，1994，14（3）：101～104
[149] 宋伟明，仉 刚，胡奇林 . 光谱仪器与分析，2001，(2)：50～53
[150] 李玉珍，邓宏筠. 原子吸收分析应用手册，北京：科学技术出版社，1990：203～204
[151] 蒋瑾华，刘江晖，陈斌等. 分析试验室，2002，21（增刊）：143～144
[152] 俞晔，乙小娟，刘一军. 现代科学仪器，2002，(6)：48～50
[153] 孙建民，杨莉丽，李存满. 分析仪器，1998，(3)：33～35
[154] 彭珊珊，张奇风，黄湘原. 微量元素研究进展（第二辑）. 北京：万国学术出版社，1997：163～164
[155] 于建国. 现代实用仪器分析方法，北京：中国林业出版社，1994：49～50
[156] 于建国. 现代实用仪器分析方法，北京：中国林业出版社，1994：47～48
[157] 李玉珍，邓宏筠. 原子吸收分析应用手册. 北京：科学技术出版社，1990：210～212
[158] 叶常红. 化学分析计量，9（3）：26～27
[159] 丁文军，钱琴芳，柴之芳等. 光谱学与光谱分析，19（4）：595～597
[160] 刘敬东，张景车. 现代仪器，2002，8（6）20～22

第2章　生物类

2.1　概述

临床化学样品的预处理[1]

对生物化学体成分进行化学分析，首先是要正确的采样，如果采样、预处理有问题，即使是再好的分析技术和先进的仪器也无法得到准确的结果，尤其是临床化学样品，会给疾病的诊断、治疗和愈后的判断带来重大的失误。临床化学试样包括：血液、尿、消化液、骨髓、穿刺液、唾液、汗、大便、结石、组织切片、脏器、毛发、指甲、骨、牙齿、胎盘等。对于人体的生物样品可分为四大类：1. 体液：包括血液、脑液、脊髓液；2. 分泌物：鼻涕、眼泪、痰、唾液、胃液、十二指肠液、胆汁、胰液，汗液；3. 排泄物：粪便、尿；4. 穿刺液：胸水、腹水、关节腔积水　5. 其它：指甲、头发、结石、组织切片。

样品处理过程中污染的来源[2]

由于样品预处理中引进了污染，即使再高级的仪器也消除不了由污染而引起的系统误差，所以控制好预处理的每一种试剂、水、容器、熔剂或灰化辅助剂等都有一定纯度的要求，根据测定元素的性质，以及测定的是微量、还是痕量要求都不同。因此必须掌握好预处理过程中的各个环节，不可忽视。

1. 空气污染：样品溶解的周边气氛不清洁时，可以考虑密闭溶样，尤其是较长时间的溶样，最好加盖表皿，通风橱内保持清洁，室内不能开窗等等，不能将尘埃、异物等掉入溶解容器内。

2. 容器的污染：容器壁的吸附作用也会造成污染，加热温度越高、压力越大、接触时间越长容器被污染的程度也越大。因此应根据实际工作的需要选用不同材料的器皿，同时注意洗涤的水、浸泡处理的酸种类及时间。由于容器制作的材质不同，含有多种杂质成分。例如：聚四氟乙烯、聚乙烯、聚丙烯之中就含有多种无机杂质，含有不同程度的 Fe、Ti、Mg、Ca、Si、Zn、Al、Cr、Ni、Cu、Mn 等等，再加酸和加热的情况下，这些杂质会溶出，给样品造成污染，因此容器在使用之前必须进行洗涤。

容器的洗涤

（1）$K_2Cr_2O_7 - H_2SO_4$ 是最常用的洗涤剂，尤其是洗涤玻璃容器中的有机物，几乎是必用的洗涤剂。但是由于这种洗涤剂不大容易除去容器表面的饱和碳氢化合物和稳定的无机物。此时，当使用洗涤剂洗涤后往往有残存的 Cr 附在容器壁上很难用水洗净，还有重铬酸钾 - 硫酸溶液纯度不够高，含有一些金属成分，会污染容器，故使用的很少。

（2）$H_2SO_4 + HNO_3$（1 + 1）作为洗涤剂，具有很强氧化性，可以彻底地除去有机物，即使是处理过大量脂肪的容器也可以用这种混合酸浸泡。因为酸会挥发出酸雾，故应在带盖的容器内浸泡。

（3）HNO_3 洗涤剂：用 50℃ ~ 60℃的温水—硝酸合成洗涤剂的洗涤能力最强，冲掉合成洗涤剂时也必须用温水，使用合成洗涤剂之后用 $H_2SO_4 - HNO_3$ 或 20% 的 HNO_3 浸泡比用肥皂水洗涤好得多。铜和铁的氧化物不溶于洗涤剂，很难洗掉，可先用氯酸钾溶液洗涤，硫化汞可用热王水洗涤，硅酸盐用 20% HF 洗涤，之后用 H_2SO_4 洗，再用水洗，用 HF 处理过的玻璃器皿不能用于微量金属成分的分析。洗净的容器和器皿以自然干燥为好。必须使用烘箱干燥时，烘箱内壁的涂料不能脱落，否则暴露出来的铁丝或镍铬丝中的 Fe、Ni、Cr、Mo、W 等成分会造成污染，特别是 Fe 的污染很严重。

为了避免周围不洁气氛的污染，处理好的容器及时使用最佳，如需存放，应放在大玻璃柜或干燥器内。

2.1.1 血液的采集与处理[1]

血液的种类和采样

抽血法及抽血部位：由于生物样品（如，血、尿等）的内部互相作用或降解作用，使某些物质元素的浓度发生变化（组织样品相对比较稳定）。因此，血液样品的储存方法必须作为分析中的重要环节予以考虑。

由于静脉血比较容易采集，故血样都采取静脉血。

采血的部位可选在耳垂、手指、肘窝的皮下静脉及动脉（动脉血的采集难度较大应慎重）。一般采血大多数是取肘部皮下静脉血。耳垂及手指采集的血又称为毛细管血。动脉血只有当进行血液气体分析时才用，一般在股动脉，上腕动脉及桡动脉自抽血。

抽血的时间为早晨，空腹最好，因为这时身体条件最稳定。

验血所用的试管不需要灭菌，但必须干净，并完全干燥。特别是测定 K、Na、Fe 等元素时必须用去离子水充分洗涤。如果器皿上附有水分，就可能发生溶血，使测定值产生较大的误差。

抽血部位用 70% 酒精或乙基汞硫代水杨酸纳和 70%酒精充分消毒，干燥，完全灭菌。用干燥的注射器抽血，抽血者的手必须充分消毒。

血液的保存方法

对血样的分析原则上抽血后应马上进行分析，如果在 6h 之内不能分析时，可使用抗凝剂肝磷脂胺，保存于 4℃的冷暗处。但不能长期保存。全血在保存中增加的是化学成分如 K、乳酸胺，减少的成分是葡萄糖和 CO_2。

保存血浆和血清时，必须将它们从全血中快速分离出来，移入干净的器皿中，用石蜡等密封，防止试样蒸发。保存于冷暗处，冻结或冻结干燥。保存样品的容器使用硬质玻璃试管、聚氯乙烯、聚乙烯和聚四氟乙烯制品，这些原料制成的容器在保存期间不会有杂质从中溶出。存放时应使用 4℃的冷藏库，－20℃的冷冻库和－80℃超低温冷冻库等。当测定之前低温下保存的样品不能在室温下慢慢溶解，而应放在 25℃～37℃的恒温槽中短时间快速溶解，充分混匀，注意避免重复地冻结和溶解，否则血液成分容易改变。

血液样品误差的生理来源

采血的体位会影响血液中水分分布，当站立时血中水分集中于下肢，运动、饮食等对血液的采集均有影响。

不同的样品例如蒸馏水、海水、血液、尿中的化合物其稳定性都是不同的，同时分析样品本身的浓度也会影响储存的稳定性。

在样品的采集和存放阶段，可能引起产生误差的因素有：多种原因的污染，分析测试与容器间的交换，试样或溶剂的蒸发，其中污染是最重要的误差来源。污染的来源包括测定的周边环境，使用的器皿针头，分析（采样）人员的皮肤以及加入的试剂（抗凝剂、防腐剂、添加剂等）的纯度不高等等均可造成污染。

2.1.2 发样的采集与处理[3]

发样的采集方法及保存

在生物监测中，测定人体所接触的微量金属是必要的，基于采集人体样品时对于被检者的安全。方便

起见，采集毛发已被广泛用作监测样品。之所以选用毛发作为监测样品的原因是：1. 许多元素能在毛发中蓄积或生物浓缩，通常能反应出细胞内的元素水平。2. 毛发中的元素含量是血和尿中的 10～15 倍，测定结果准确简单。3. 采取毛发对人体无损伤。4. 毛发中的金属不会随时间的延长而变质，样品容易保存。5. 能从大多数人中简便地采得足够的样品。6. 保存毛发不需要特殊的冷藏设备，保存时间较长。7. 毛发中的元素能作为工厂，矿山等环境污染指标。8. 毛发中某些元素的含量可以表示地理背景，含量过高或过低与疾病情况和流行病学有关系。虽然发样采集，保存测试等都比较简单，但是要得到准确的结果必须有一台可靠的仪器和一定的分析技术。此外还要注意以下几点：

①外部污染　例如整发剂、染发剂、冷烫发剂、香皂、发蜡、喷胶和大气中颗粒物等因素所致。②注意采集毛发的部位：一般都采集枕部距头皮 2～3cm 的位置及长度不同测定结果也不同。③由于采集发样后使用的洗涤用品不同也会引起金属含量的波动，如不同的洗涤香波等。④受检者的年龄、性别及周边环境的影响。⑤毛发中首先需要监测的是对人体有害的元素如 As、Cd、Cr、Pb、Hg，其次是 Sb、Cu、Ni、V、Se、Sn、Be、Co 等。

一般将毛发充分梳理后，除去脱落部份，采集部位均为后头部，采取距头皮 5cm 以内的头发，洗净，干燥后充分混合作为分析样品。采集量视测定元素、测定方法及灵敏度而定，一般用几毫克样品即可，采集的样品如果是调查大范围群体的区域平均值时，需采集一定数量的个人样品混合才具有代表性，如果是检查个人的样品则很简单。采集的发样要特别注意尘垢的污染。采样的容器使用清洁的聚乙烯袋、塑料或玻璃瓶亦可。

如果选用适当保存环境，那么发样可以保存相当长的时间，必须注意发样的洗涤方法，洗净后置于清洁的干燥器中。

发样的处理方法

1、洗涤：

毛发表面容易附着染料、香水、香皂、染发剂、油、发蜡以及尘垢等污染物，因此需要洗涤。常用洗涤方法有两种：1）有机溶剂洗涤法　采用无水乙醇、乙醚、丙酮及四氯化碳等有机溶剂洗涤。2）水洗法主要使用温水，肥皂、离子型或非离子型表面活性剂、EDTA 螯合剂和稀硝酸等洗涤。

2、干式灰化法：

除易挥发的镉、铅、汞等元素之外，干式灰化法对其它元素是极为简便、广为应用的方法。基本操作是取适量毛发样品于耐热的试管内，加 HNO_3 将样品浸没，放置过夜，插入铝加热器缓缓加热到硝酸消失，在 400℃～450℃加热灰化后用 0.2mol/L～1.0 mol/L　HNO_3 或 HCl 溶液溶解作为样品溶液。

用本法灰化毛发样品要注意在灰化温度 500℃左右微量元素有显著损失，其原因一般认为是微量元素的挥发和吸附。用干式灰化法灰化有机物时，因局部性燃烧超过予定高温也是金属元素挥发的原因。因此要首先在低温进行预灰化，然后再升到高温进行灰化，这种灰化方法的缺点是灰化后生成难溶性化合物，石英和瓷皿吸附阳离子，以及吸附在坩埚上的金属造成污染等。

3、低温灰化法：

目前已被广泛使用的低温灰化法是在高频电磁场中，利用被激活的氧灰化样品的方法。市售的低温灰化装置种类较多。毛发样品在约 67℃低温就能完全灰化分解，锑、砷、铯、钴、铁、铅、锰、钼和锌的回收率达到 99%～102%，由于不使用其它试剂能防止来自试剂的污染。

基本操作是把约 1g 毛发放入石英灰化皿内，均匀地摊开，在真空度 1～1.5mTorr、氧流量 100～150ml/min、功率 150W 条件下灰化 18～20h。灰化后用极少量浓盐酸溶解、适当稀释后作为样品溶液。

4、湿式灰化法：

湿式灰化法必须把混入的污染物限制在最低限度。使用超高纯酸和极少量有机溶剂，避免大气中污染

物的混入是非常重要的。灰化毛发样品主要使用 HNO_3、H_2SO_4、H_3PO_4、H_2O_2 及过硫酸铵，一般在灰化时将这些酸配合使用。

基本操作是准确称取 1g 毛发于小凯氏烧瓶内，加 $HNO_3 + HClO_4$ 或 H_2O_2（3 + 1）到毛发完全被浸没（约 10mL）。放置过夜后缓缓加热使之成为淡黄色液体，放冷。再加入约 1mL 60% $HClO_4$ 或 30% H_2O_2，加热。液体冒白烟且成为无色时表示灰化完成。将此溶液适当稀释后作为样品溶液。

5、加压弹法：

加压弹法是在加压下用酸分解样品的方法，对于微量分析优点很多。例如，测定鱼类和毛发样品中汞时，用 $H_2SO_4 + HNO_3 + HClO_4$ 混液进行分解需要 3～4h，而用加压弹法只需要 30min。本法没有炭吸附、挥发、容器吸附所造成的损失，没有容器及空气对样品的污染问题。

用还原气化石墨炉原子吸收分光光度法测定毛发中的汞，预处理方法是把 0.5～1.0g 毛发用糯米纸包好装入铂杯内，氧压为 20～25kg/cm^2，使用铂衬里氧弹。通电点火使样品完全燃烧后用 20mL 装在氧弹内的 0.2－1.0mol/L H_2SO_4 或 HCl 溶液捕集汞，此溶液作为样品溶液。本法对测定毛发中的砷、锡、锑也很有效。

有人指出，使用石墨炉原子吸收分光光度法测定铬时，有效的预处理方法是取 0.2g 毛发用 HNO_3（2mL）＋过硫酸铵（0.2g）混合液浸渍、放置过夜后在 130℃进行加热。

2.1.3 尿样的采集及处理

人每天大约排出 1000∽1500mL 尿。尿中成份由于受饮食、药剂、运动量等因素的影响一日之内及数日之内变化都很明显。健康人 24h 尿中成分的平均组成固体成分占 30～70g。其中有机成分尿素占 50%，肌酸和马尿酸等占 10%，无机成分如 NaCl 占 20%，H_3PO_4、K、Ca 等占 20%。对健康人的尿样（作为对照组样）的要求是：不应患有肾疾病、糖尿病等以及近期没服药物，而且要没有和各种金属的接触史。

采尿类型可分为清晨尿、白天尿、夜间尿、1 日尿、1 小时尿以及 1 次尿等等。要根据测定项目来决定采哪种尿样。采尿容器最好使用能密闭的聚乙烯制品。样品用 HNO_3 酸化后冷冻保存，使用时在冰箱内解冻。如果样品中存在浮游物和沉淀物，必须用 HNO_3 溶解后再进行处理。

尿样贮存于经过试验证明无待测元素的 30mL 通用塑料容器中；标准也用相同的容器制备。自动进样的杯子、玻璃试管等器皿用前须经过 20%（V/V）的 HNO_3 浸泡 30min，再用蒸馏水冲洗干净。微量吸液管的塑料头每次使用均更换新的，并先吸取 20% HNO_3 2 次，蒸馏水 2 次。

尿样的收集：24h 的尿样用聚乙烯瓶收集，到达实验室后，取一定分量置入 30mL 通用塑料容器中，并酸化至 1%（V/V）的 HNO_3 酸度。作职业受害监测，最好随机采样，可直接用通用容器收集尿样。

2.1.4 脏器的预处理

脏器中金属浓度的测定目前还没有统一的分析方法。测定时因样品种类不同存在着个体差异、部位差异和因被测金属不同而产生的差异等，所以要掌握不同时间和场所样品具有的特征。人体脏器样品和实验动物、家畜的脏器不同，样品采取机会、采取部位或采取量等都受到极大的限制。如果能采到人体脏器样品就要用灵敏度高的方法进行定量分析。

采集脏器样品时，对被采样人的基本情况进行调查是十分重要的。调查内容包括：1 姓名；2 出生日期；3 性别；4 住址；5 职业（有无金属接触史）；6 死因；7 采样时间；8 身高和体重；9 营养状况；10 死后经过时间；11 吸烟史；12 病历；13 出生地点；14 居住年限等。

要想得到全部的资料是很困难的但 1～7 项必须清楚、特殊的疾病和不同的职业将会影响到脏器样品中元素的测定结果。

脏器的主要来原有：法医验尸，外科手术切除部分，病理尸体解剖等样品。典型的脏器采集部位见表

2－1。将采集到的样品置于低温冰箱冷冻保存。脏器在－20℃下用聚乙烯瓶可保存 3 个月。脏器解剖使用的全部工具及容器，均需不含待测元素，避免外界污染，尽量少用金属制的器皿，切下来脏器要仔细清洗，准确称重（称湿重前用滤纸吸去水分）。

表 2－1　典型脏器的采取部位

脏器	部位	脏器	部位	脏器	部位	脏器	部位
大脑	右前头叶	心脏	心尖部	大肠	直肠	睾丸	两侧
小脑	右半球	肝脏	右边缘	肌肉	腹直肌	脂肪	腹部
脑下垂体	全部	肾脏	左全部	皮肤	腹部	胰脏	尾部
气管	分枝部	脾脏	一半	付肾	两侧		
肺脏	右中叶	小肠	空肠	卵巢	两侧		

1）湿法

湿式分解温度低，无机化合物的挥发损失小，适用于测定所有的金属，但汞和砷等金属需要使用特殊的冷却装置。由于本法受到氧化剂特别是 H_2SO_4、$HClO_4$ 和 H_2O_2 等的污染以及环境和容器的污染，所以必须进行试剂空白试验。此外，样品分解时间冗长，不适合处理大批量样品，在分解中还会产生有害气体。

铜、锌、铁、铅、镉、镍、锰和硒的测定

样品用聚四氟乙烯镊子或玻璃棒夹着放入 200～300mL 的凯氏烧瓶中，同时将处理样品使用的烧杯和镊子用少量蒸馏水洗净，洗液倒入烧瓶中。放入 3～4 粒用 HNO_3 洗净的玻璃珠，加 2mL　H_2SO_4 和约 30mL HNO_3，用高型烧杯盖上凯氏烧瓶，在避免污染的条件下放置过夜。分解样品初始用弱火小心加热，激烈反应结束、红褐色气体消失后冷却，再加入 10mL　HNO_3 并继续加热。分解液呈黑褐色时再徐徐加入 HNO_3，继续加热至溶液呈淡褐色，冷却，加 10mL　HNO_3 和 0.5mL　$HClO_4$，缓缓加热使溶液保持沸腾，烧瓶内出现白烟、分解液放置片刻仍不出现颜色时即为分解完成。过剩 $HClO_4$ 蒸发除去。分解液在不受污染的条件下放置一昼夜，除去残留在烧瓶内的气体。再加 30～50mL 蒸馏水煮沸，加热到产生 H_2SO_4 白烟。重复此步骤 2 次，冷却后用蒸馏水定容至 50.0mL 并准确地分成 5.0mL 和 45.0mL 两份，分别作为样品溶液 A 和 B。同时，按上述操作步骤制备试剂空白溶液。试剂空白溶液也分成 5.0mL 和 45.0mL 两份，以便在以后的操作中扣除空白值。

用本法处理的样品分解液如果直接用于原吸收法测定时，硫酸会产生干扰，所以以后要进行有机溶剂萃取。

注：①使用凯氏烧瓶之前，放入 3～4 粒玻璃珠，用 $H_2SO_4 + HNO_3$ 反复加热清洗几次，用 10%碳酸钠溶液煮沸 2h 能有效的消除 Pb、Zn、F、Mg 及 Hg 的污染。

②为节省试剂和分解时间，可在凯氏烧瓶上方盖一高型烧杯（50～100mL）。

2）干式灰化法

1、高温灰化法：本方法主要用于测定高含量，沸点高的 Na、K、Mg 等元素。测定干重样品时，将样品置于白金坩埚中，然后放入 200～250℃马弗炉中，以约 50℃/h 的升温速率加热，在 500℃以下灰化（温度过高有些元素要挥发）后，样品中存在炭残渣。冷却后加入 3mL HNO_3 和 0.5mL $HClO_4$，盖上表皿在电热板上加热分解，分解后取下表皿蒸发过量的 $HClO_4$。冷却后加入 1mol/L　HCl、在水浴上加热溶解，用 1mol/L HCl 洗净烧杯后定容摇匀，同时作空白溶液待测。

2、低温灰化法：将样品置于样品舟中，准确称量湿重后，干燥，必要时准确称干重。用本法灰化 2g 样品至少需 10h，灰化后残留的炭使用与高温灰化法相同的方法进行处理，同时制备试样完全。

由于脏器中的金属元素范围很广，难以估计待测样品中金属含量的多少，因此分解样品要分解两份，浓度高时使用 A 样品溶液，浓度 低时使用 B 样品溶液。

2.2 一般生物样

生物样（Cr、Cd）

GFAAS 法[4]

将采集的鲜鱼（去骨）、虾（去皮）、蚌（去壳）或其它生物，经多用粉碎机搅成浆状，准确称取5.000－10.000g样品置于250mL三角瓶内，加入25mL混酸（$HNO_3 + HClO_4 = 5 + 1$），瓶口上盖上只弯颈漏斗，漏斗内放一粒玻璃珠，保持微沸，直到棕色气体消失，溶液变清并冒白烟为止，原则可再加5mL H_2SO_4继续消化，并蒸发至近干，冷却后，用水稀至25mL，摇匀，过滤作待测溶液，同时做空白溶液。

海藻类的海生植物可用温水洗净，在烘箱保持60℃约1～3h，取出冷却，称取样品0.100～0.200g，加（1＋1）HNO_3 10mL～15mL于玻璃烧杯中，在电热板上加热慢慢消化，如不能消化完再按上述手续加HNO_3一次，蒸至近干时，加$HClO_4$ 1～2mL，令其白烟冒尽（但不能强热冒烟），再加（1＋1）HNO_3 5mL微热，溶解后倾入50.0mL容量瓶中用水稀至刻度，备用。

生物样（Cr、Cd）

FAAS 法[5]

鱼样：称取切碎的新鲜鱼肉（除净鱼骨）5g，放入锥形瓶中，加5mL HNO_3，放入几粒玻璃珠，瓶口盖上小漏斗放置过夜，次日置于低温电热板上（＜300℃）加热至大量泡沫消失，冷却后加入20mL HNO_3，在约400℃下加热消化至近干。冷却后再加10～20mL HNO_3（加入酸量多少视消化鱼样而定）继续加热至近干，冷却，加入5mL HNO_3和$HClO_4$混合液，在低温（约200℃）消化至近干。残渣用20mL 1mol/L HNO_3溶解，过滤，稀释至25mL，摇匀，操作中带空白试验。

虾：称取捣碎混合均匀的干虾1g或5g，操作同鱼样（取混合全样）。

螺及蚌：各取混合肉样（湿样）5g操作同鱼样。

水生植物：洗去杂质，风干剪碎，取混合均匀样1g或湿样5g，操作同鱼样。

浮游生物：称取湿样5g操作同鱼样；

虾、螺、蚌、水生植物、浮游生物因脂肪含量比鱼少，可适当减少酸的用量（约10mL）。

水样：取水样100mL置于锥形瓶中，加入5mL HNO_3和几粒玻璃珠，于沙浴电热板上缓缓加热消化并浓缩至5mL左右，移入10.0mL容量瓶中，稀释至刻度。同样带空白试样溶液。

底泥：称取0.100～0.500g（视含Cr、Cd量而定）风干、过筛的底泥样置于锥形瓶中，加入10mL HCl、10mL HNO_3、1mL $HClO_4$和几粒玻璃珠，盖上小漏斗，放置过夜，次日于沙浴电热板上缓缓加热至近干。用水溶解、过滤，滤液稀释至25mL，同样做一空白试验。

将上述处理好的试验液连同工作曲线系列标准溶液一起进行测定。

生物样（Hg）

FAAS 法[6]

准确称取试样5.000g（湿态）或5.000g（干态）置于消化管中，加入V_2O_5 0.04g，10mL HNO_3，摇匀后放置过夜，将电热消化器升温至65～70℃①，再将试管置于加入孔中5min，待大量NO_2气体冒出时取下冷却。加入8mL H_2SO_4，摇匀，等剧烈反应过后，重置于恒温135℃的电热消化器上。继续加热消解至试液澄清，冷至室温，加10mL水，摇匀，滴加60g/L $KMnO_4$，放置数分钟至紫色不褪，定容至50.0mL，摇匀，待测。

注：①试样消解温度应控制在135℃以下，以免汞的挥发。

生物样（La）

GFAAS[7]

取自小鼠的心、肝、肾、长骨、经 Milli－Q 水洗去血液，反复 4～5 次，滤纸吸干水分后，精密称量。置 25mL 石英烧杯中 600℃灰化 12h；若 12h 后仍有较大炭粒，可加 0.5－0.1mL H_2O_2（优级纯）蒸干后，再灰化至样品呈灰白色，取出加 6mol/L　HCl　0.5mL 置电热板（约 100℃）蒸干，使镧的氧化物变为 $LaCl_2$，再准确加入 1.5mol/L HCl 0.5mL 溶解残渣①。本法同样适于其它生物样品。

注：①于 10×10^{-6}La 标准液中加入 1～3mol/L HNO_3，可使吸光度降低约 41%，同样加入 1－3mol/L HCl，未见影响，故样品处理应采用 HCL。

生物样（S）

分光光度法[8]

取相同部位动物肌肉若干克，去除脂肪、剪碎，置于干燥箱内于 100℃烘至恒重，研磨成粉（约 40 目）备用。

将两粒玻璃珠放入 100mL 三角烧杯内，加入样品 200mg，加 3mL HNO_3，在水溶（90～100℃）上加热 30min。冷至室温，加 2mL $HClO_4$，于温度控制在 250℃以内的电热板上加热至冒白烟后，再加热 1h 左右，冷至室温后，加 3mL 6mol/L　HCl，用水定容至 100mL，摇匀，静置过夜。

取 4mL 消化液于 50mL 三角瓶内，加水 2mL，加 2mL 甘油－乙醇溶液（1＋3）混匀，加 20～40 目 $BaCl_2$　45mg，轻轻混匀，用 1cm 比色皿在分光光度计上于波长 390nm 处测其吸光度。以试剂空白作参比。文中以甘油－乙醇作为分散剂。

生物样（Se）

HG－AAS 法[9]

取一定量固态生物样品，放入 50mL 烧杯中，用水润湿，加 10mL HNO_3＋2mL $HClO_4$，加盖，低温加热至冒 $HClO_4$ 烟。此时溶液应无色透明。若有浅黄色，则应补加 5mL HNO_3，加盖继续加热到冒 $HClO_4$ 白烟，直至溶液无色透明为止。取下，洗表皿，杯壁，再加热至冒 $HClO_4$ 烟，取下冷却移入一定体积的容器中，加 HCl 使酸度达到 40%，加 $FeCl_2$ 溶液，使 Fe^{3+} 达到 1mg/mL，以水稀释至刻度摇匀，放入 70～90℃水浴中浸泡 20min，取下冷却至室温，进行测定。

如生物样品为液态，可量取一定体积的样品，放入 50mL 烧杯中，以后操作同固态生物样品。

生物样品（Se）

HG－ICP－AES 法[11]

测定生物样品中的硒常采用下列一些预处理方法：HNO_3－$HClO_4$ 法，HNO_3－$HClO_4$ 回流法，HNO_3－$HClO_4$－H_2SO_4法，HNO_3－H_2O_2 法及 HNO_3－H_2O_2 高压微波消解法。以标准参考物质 GBW 08551 猪肝样（85℃烘干 4h）用上列 5 种不同的消化方法进行消化，然后用 HG－ICP 法测定硒含量，每个结果为 5 次测定平均值。结果表明，应用 HNO_3－H_2O_2 消化法及高压微波消化法测定结果与标准值吻合。HNO_3－$HClO_4$ 消化法和 HNO_3－$HClO_4$－H_2SO_4 法在进行 $HClO_4$ 和 H_2SO_4 冒白烟处理时，硒有挥发性损失，而 HNO_3－$HClO_4$ 回流法可能是 HNO_3 未赶净，Se（Ⅳ）的测定使结果偏低。故本法采用 HNO_3－H_2O_2 和 HNO_3－H_2O_2 高压微波消解法。

样品消解方法

（1）HNO_3－H_2O_2 消解法：称取 0.500～1.000g 样品于 100ml 凯氏瓶中，加入 5～10mL HNO_3，瓶口插一

小漏斗，在电热板上 85℃～95℃加热至激烈反应结束，冷却后滴加 0.5mL H_2O_2，然后重新加热样品，重复 H_2O_2 加入步骤，直至溶液清亮，无油状物，并蒸发至近 2mL。

（2）$HNO_3-H_2O_2$ 高压微波消化法：称取 0.200g 试样，置于聚四氟乙烯高压消样罐内，加入 2mL HNO_3 和 1ml 30% H_2O_2，将带螺口的聚四氟乙烯盖子拧紧，并将溶样罐放入微波炉中，置微波功率为 500W 处，定时 2min，旋开盖子，转移至 25.0mL 容量瓶中。

以上两种方法消化后都需加入（1+1）HCl（6mol/L）10mL 微沸 5min，冷却后用（1+1）HCl 定容至 25.0mL。待测[①]

注：①用本方法测定了标准参考物有猪肝、小麦粉、并测定了猪血清、猪毛、猪肉、牛血清、饲料、当归、加硒蜂蜜中的痕量 Se。

生物样品（Th、U）

ICP－MS 法[12]

将生物样品在电烤箱中 90℃干燥直至恒重，精确称重（1.0～10.0g 范围）。对标准人肺样品（约 45g）不用干燥。样品于高温炉内 450℃下灰化，时间不得少于 12 h。灰样用 HNO_3 5～10mL 溶解在 PTFE 烧杯中，电热板蒸发近干。用少量 H_2O_2（0.1～0.2mL）处理 2～3 次。蒸发近干，残渣用 5～25mL HNO_3 转移至 PTFE 消解器中。滴入 13～15 滴 HF 和 $HClO_4$，完全除去残留的硅和有机物。将消解器封盖后放入铁罐中。在烘箱中 90～100℃ 加热 2～3 h，然后在 140～150℃加热两个多 h。冷却后，取出消解器，加入 1～5mL HCl，赶尽残留 HF，蒸发近干。将残渣溶于 1mol/L HNO_3 溶液作测试液。按相同过程配制空白溶液。

2.3 人发

人发（As）

HG－AAS 法[13]

用不锈钢剪刀采集头部枕后距头皮 1～2cm 的头发的 1 g，置于 100mL，烧杯中，用 5%丝毛洗涤剂浸泡搅拌 15min，然后用蒸馏水冲洗至无泡沫，再用去离子水冲洗数遍，而后放入 80℃烘箱烘 4h，冷却后，称取 1.000g 发样，加入 10 mL $HNO_3+HClO_4=4+1$ 混合酸，盖上表皿，放置 2h，移至电热板上低温加热，然后提高温度至冒白烟，冷却后定容于 50.0 mL，摇匀备用。

人发（Ca）

FAAS 法[14]

称取 1.000g 发样于 50mL 烧杯中，加混酸（$HNO_3+HClO_4=4+1$）10mL，盖上表皿，放置 4h，在电热板上加热 10min 后，升温至微沸，待冒浓白烟后，取下冷却，用少量水冲洗表皿及杯壁，加热冒浓白烟后蒸至近干，取下稍冷加入 2mL HCl，加热至湿盐状，冷却，用 0.1%的 $SrCl_2$ 溶液稀至刻度。实验证明发样稀释 500 倍，测定结果较好。

人发（Ca、Cu）

FAAS 法[15]

称取 0.100g 左右的人发于 20mL 烧杯中[①]，加入 5mL HNO_3 1mL $HClO_4$，加表皿于电热板上加热消解，待溶液清亮后取下表皿，$HClO_4$ 烟冒尽，用水冲洗杯壁，加入 8 mol/L HNO_3 0.5mL 溶解转入 10mL 比色管稀至刻度，摇匀。分取 5.0mL 溶液于 10mL 比色管中，加入 50g/L $SrCl_2$ 溶液 0.5mL[②]，摇匀，待测。

注：①发样先用乙醇或丙酮洗净，用蒸馏水冲洗，烘干。

②加入 $SrCl_2$ 是作为 Ca 的释放剂，否则结果偏低，同时注意扣除空白。

人发（Cd）

共沉淀分离 **FAAS** 法[16]

发样采集和处理：剪下后枕部近发根约 2cm 处的头发作为样品，剪成约 0.5cm 长。用 2% 白猫洗洁精浸泡 0.5h，搅拌三次，除去洗液。重复操作一次。再用 60℃温水洗净泡沫，最后用去离子水冲洗干净。放入 80℃烘箱中保温 2h，待干燥后放入干燥器中备用。

精确称取发样 0.2g 左右，放入 25mL 烧杯中，加入混酸（$HNO_3 + HClO_4 = 9 + 1$）3 ~ 5mL，在低温电热板上加热分解至白烟消失，至溶液近干（切勿全干）为止。

共沉淀分离富采：在样品消化后的烧杯中需加入 10mL 水，才能溶解全部固体，依次加入 1.5mL PAN［1 -（2 - 吡啶偶氮）- 2 - 萘酸］1.0mL，氨缓冲溶液（$NH_3 - NH_4Cl$ 缓冲液：0.1mol/L　NH_3 和 0.1mol/L NH_4Cl）调 pH 至 10。静置 10min 后，分数次倒入带刻度离心管中，离心分离，每次分离后用带橡皮头的尖嘴吸液管小心地将上层清液吸去，切勿将沉淀带出。加少量 HNO_3 溶解沉淀，再稀至 2.0mL，摇匀供原子吸收测定①。

注：①采用微量进样器，进样器为 100μL。

人发（Cd）

FAAS 法[17]

取枕部离发根 2 ~ 3cm 长的头发，放入 60℃　1% 白猫牌洗洁精中浸泡半小时，不断搅拌，用塑料纱窗布罩住烧杯口，倾出洗涤液，并用水洗 10 次，然后放入称量瓶中，置烘箱在 120℃下烘 90min，取出，保存于干燥器中，备用。

称取试样 0.1000g 于 50 mL 烧杯中，加入 5 mL 消解液（$HClO_4 + HNO_3 = 1 + 5$），于砂浴上加热，直到冒 $HClO_4$ 白雾，取下冷却至室温。移入 125 mL 梨形分液漏斗，加 HCl（1 + 1）10 mL，$HClO_4$（1 + 20）2 mL，加水至约 50 mL，加入碘化钾溶液 10 mL、抗坏血酸溶液 5 mL、甲基异丁基甲酮 5.00 mL，振摇 4min，静置 20min 后，弃去水相，有机相移入 10.0 mL 容量瓶，用甲基异丁基甲酮稀释至刻度，待测。

人发（Cd、Pb）

FI - FAAS 法[18]

粗称 0.5g 左右发样，60℃温水中用白猫牌洗洁精洗涤三次以后，再用去离子水冲洗干净并烘干。准确称量后放入 100mL 烧杯中，加入混酸（$H_2O + HNO_3 + HClO_4 = 4 + 4 + 1$）10mL 浸泡过夜，次日在低温电热板上加热分解至白烟冒尽，溶液近干为止。冷却后加入 8mL 水，以溴酚蓝为指示剂，用 HNO_3（1 + 1）或氨水（1 + 1）调至溶液为黄色（溶液 pH 为 3），转入 10.0mL 容量瓶中定容待测。采用吡咯烷二硫代氨基甲酸铵（APDC）- 甲基异丁基甲酮（MIBK）萃取体系，用流动注射进行在线萃取，预浓集人发样溶液中的镉和铅。

人发（Cu、Zn）

FAAS 法[19]

取枕部距头皮 3cm 左右的头发，用 2% 中性洗涤剂浸泡 2 ~ 4h，再用去离子水洗净，烘干。称取 0.500g 发样，加入 5mL 混酸①，放过夜，消解，加入 1mL，SDS②溶液稀释至 25.0mL，备用。

注：①混酸：$HClO_4 + HNO_3 = 1 + 6$

②SDS：十二烷基硫酸铜。

人发（Cu、Zn、Mn）

FAAS 法[20]

将人发用2%温洗衣粉溶液浸泡，搓洗数次，先用自来水洗后用离子水冲洗干净。于70℃下烘干，然后剪碎①，盛于广口瓶中备用。

称取上述样品0.500g置于25mL锥形瓶中，加入5mL混酸（$HNO_3 + HClO_4 = 6 + 1$），放置过夜或于室温下放置0.5h后，置于150℃电热板上加热至近干并冒白烟②，冷却，转移至10.0mL容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀，待测。

注：①使用不锈钢剪刀。

②如炭化，可滴加数滴混酸。

人发（Cu）

GFAAS 法[21]

从枕部剪发样，用电镀剪刀剪成约0.5cm长短放入烧杯中，加适量海鸥牌洗净剂（1%），于国际型振摇器洗涤15min后，倾去洗液，用蒸馏水、去离子水冲洗干净，于烤箱中60℃下烘干，储于干燥器中备用。

准确称取0.050mg左右的发样于5mL刻度聚乙烯试管中，加适量TMAH（5%）溶液（四甲基氢氧化胺溶液浸住头发），然后把试管浸入90℃水浴中加热1～1.5h，加热时可不时摇动试管促使发样融化。制好的样液呈均匀、清亮、棕褐色。取下试管冷却至室温后，补加TMAH（5%）溶液至刻度，摇匀。测定时吸取此溶液100μl，加400μl 0.2% TritonX－100混匀后，每次取20μl以石墨炉测定。

人发（Cu）

分光光度法[22]

将人发洗净后用5～10mL丙酮浸泡15min，倾出丙酮，用蒸馏水清洗3次，60℃烘干。冷却后，称取0.500～1.000g发样于刚玉坩埚中，低温炭化后，置于700℃高温炉中灼烧1h，冷却后用HNO_3（1＋6）4.0mol/L热浸取，蒸至近干，用HNO_3（0.01mol/L）定容，混匀备用。

人发（Co）

FAAS 法[23]

由发根部剪下2cm长头发头，用中性洗发液浸洗，搅拌2～3次，用水冲洗到无泡沫，用去离子水洗涤5次，在110℃下烘干90min，将发样剪碎到2～3mm混匀。

称取发样1.000g置于40mL（ø18－19）刻度石英试管中，加入10mL HNO_3，盖上表皿，放在通风橱中浸泡过夜。然后加入2粒小玻璃珠，置调温电热器中加热至沸，待溶液清亮，取下冷却，滴加4mL H_2O_2（3%）徐徐加热至有机物完全分解，至到溶液为无色或淡黄色（切勿蒸干）冷却后，用水定容至5mL，（同时作试剂空白），摇匀待测。

人发（Co、Ni、Mn、Cr、Sn、As、Sr、Mo）

GFAAS 法[24]

用不钢剪刀采集头部枕后距头皮1cm处的发样3g，将发样剪成约1cm的发样段，用5%的海鸥洗发膏溶液浸泡30 min，不时搅拌，倾去洗涤液，用自来水反复冲洗干净后，再用高纯水冲洗5次，洗净后放入干燥箱内于80℃烘干，称取发样2.000g，置于石英坩埚内，于马弗炉内，在250℃炭化2～3h，560℃灰化

6h 以上，灰粉用 10 滴 HNO_3 溶解，再用 1%　HNO_3 是容于 10.0mL 比色管中待测。

人发（Fe、Cu、Zn、Mg）

微波消解 **FAAS** 法[25]

称取发样约 0.400g 左右（1、2 为平行样，3 为单样），经微波消解炉消解完全后，关闭，冷却，转移试样于 50.0mL 容量瓶中，摇匀，待测。测量的线性范围在 0.002 ~ 1.0mg/L 之间。

人发（Mn 、Mg、Zn、Fe、Ca、Cu）

FAAS 法[26]

将人发用 2%海鸥牌洗发膏溶液浸泡，搓洗数次，用水冲洗干净，装入滤纸袋内，于 80℃下烘干，然后用不锈钢剪刀剪碎装入塑料袋贮存于干燥器内。

称取上述样品 0.100 ~ 0.150g 于 50mL 烧杯中，加入 10mL 混酸①，盖上表皿，于电热板上加热溶解至冒白烟（如有碳化粒子存在，应补加混酸），蒸发至湿盐状，取下冷却，转移至 10mL 试管中，用水稀至刻度，摇匀待测。

注：①混酸：$HClO_4 + HNO_3 + H_2O = 6 + 1 + 3$。

人发（Mn）

差式脉冲极谱法[27]

用不锈钢剪刀将发样（枕部）剪成 1cm 左右，用 1%明花牌洗涤液（pH 值约为 8.5）洗涤，再用蒸馏水洗涤数次，烘干（70℃左右 10h）。

称取 0.500g 发样，置于干净小烧杯中用 $HNO_3 + HClO_4$（4 + 1）消化成无色溶液，加热至干以除去残酸（小心飞溅），同时做发样空白，冷却后，溶液转移至 25mL 容量瓶定容，摇匀待测。

取上述溶液 2.00mL，用 KOH 溶液调 pH 值约为 9.5，加入 0.1mol/L 硼砂溶液 2mL，0.5mol/L 抗坏血酸溶液 4 滴，10%的 KSCN 溶液 2 滴，用水定容至 10.0 mL，将三电极体系插入溶液中，蒸入氮气（99.99%）15min 除氧，用差分脉冲极谱参数进行测定，用同样操作进行空白试验。

人发（Mn、Cr、Cu、Fe、Ni、Zn）

粉末 – **AES** 法[28]

取长约 3cm 的人发 0.500g，在烧杯中剪碎成 5mm 长，在 50℃的 1%中性洗涤剂溶液中洗涤。通过铺有 80 目尼龙网布的漏斗滤去洗涤液，再用约 50℃ 的温热蒸馏水洗涤发样，去除洗涤液。将发样放入烘箱内于 65℃ 烘干。称取烘干后的发样 0.100g，置于 5mL 瓷坩埚内，先在马弗炉中于 200℃炭化，再在 510℃保温 1h。将坩埚从马弗炉内取出冷却后，加入 10mg 缓冲剂（$SiO_2 + NH_4I + Na_2SO_4 = 2.5 + 20.5 + 72.5$），混合均匀后，放入光谱电极中，加入 1 滴滴加液（1 + 1）乙醇含有 5%蔗糖和 50%　NH_4I。放入烘箱内，于 105℃烘干。用交流电弧 7 ~ 15A 激发 10 ~ 55s。用一米平面光栅光谱仪摄谱，测定 Mn、Cr、Cu、Fe、Ni、Zn 等元素。

人发、血清（Mo）

GFAAS 法[29]

称取 0.500g 已洗涤干净和在 60℃干炽至恒重的发样，置于 100mL　HNO_3，在电热板上加热完全消解样品，缓慢煮沸，滴加 H_2O_2 分解氮氧化物，至溶液呈淡黄色和消解液体积约为 0.5mL，用 20mL 水溶解并转移到 25.0mL 容量瓶中，加入 0.6mL　0.4%　CaF_2 基体改进剂，混匀。用原子吸收分光光度计测定。

人发（Mo）

GFAAS 法[29]

称取在 60℃干燥箱内干燥 2h 的标准发样 0.500g 于 100mL 三角瓶中，加入 10mL HNO_3 在电热板上加热至发样全部溶解呈棕红色溶液，温热煮沸蒸滴加 H_2O_2 分解氮化物至溶液呈淡黄色，蒸至 0.5mL 左右，取下加水溶解并移入 25.0mL 容量瓶中定容。

取上述消化好的样品溶液适量于 10.0mL 容量瓶中，加 0.4% CaF_2 0.60mL（基体改进剂）以水稀至刻度摇匀，用石墨炉原子吸收法测定。

人发（Mo、Cu、Fe、Zn、Mn、Se、Co、Cr、Ni、V）

ICP－AES 法[30]

采取枕部发际距发根 1cm 以上全发 3～5g，装入发样袋内，编号干燥保存，然后用中性洗涤剂配成 3%～5%的溶液浸泡 1h，多次搅拌，然后用自来水冲洗至无泡沫，再用水淋洗 3～5 次，置于滤纸上，自然干燥或烘干。用不锈钢剪刀将发样剪碎至 3mm 左右。

称取上述样品 0.500g，置于 100mL 三角烧瓶中，加入混酸 $HClO_4 + HNO_3$（1＋4）7.5mL，移至电热板上，消化至瓶底出现白色结晶，冷却至室温，用水定容至 10.0mL，摇匀备用。

人发（Pb）

HG－AFS 法[31]

以不锈钢剪刀于脑后枕部近头皮处，男性发长＜3cm，女性发长＜5cm、采集约 0.5g 左右样本，并剪成 0.5cm 长，置于洁净的塑料瓶内，以 20% 洗涤灵液浸泡，震荡 10min，弃去洗涤淮，依次用自来水，去离子水洗涤三次，于 650℃ 烘箱内烘干。

称取清洁后标本 0.100g，于 50mL 烧杯中，加入 HNO_3 3mL，于中温电热板上加热溶解，至近干时，加入 1mL $HClO_4$，继续加热至白烟冒尽。取下冷却，用 1.5% HCl 将试液洗入 100mL 容量瓶，并以此溶液定容刻度，摇匀。与标准曲线在同条件下上机测定。

人发（Pb）

分光光度法[32]

取枕部离发根 2～3cm 长的头发，放入 60℃的 1%白猫牌洗洁精中浸泡 0.5h，不断搅拌，用水冲洗 10 次，于 120℃下烘 90min，取出后备用。取发样 1.000g 于烧杯中，加入 HNO_3 25mL 消解，从低温到高温，待发样全部溶解后，取下冷却，加入 $HClO_4$，加热至无色稠状，取下稍冷，加少量水溶解，用 NaOH（2mol/L）调至近中性，用水移入 25.0mL 容量瓶，加入 2% 邻二氮菲溶液 2 mL、2% NH_4SCN 5mL、0.1mol/L NaOH 0.5 mL 及 0.1%双硫腙－2%吐温显色剂 2.5 mL，以水定容，摇匀。用 1cm 吸收池，于波长 480nm 处，以试剂空白为参比测量吸光度。

人发（Se）

HG－AFS 法[33]

将头发用 2%洗衣粉溶液浸洗，用自来水冲净，再用去离子水冲洗，烘干剪碎、备用。称取 0.500～1.000g（准确至 0.001g）发样于 100mL 高型烧杯中，加入 4mL HNO_3，1mL $HClO_4$，1mL Cu 溶液（0.1mg/mL）然后在电热板上加热消化，待冒 $HClO_4$ 白烟冷却后，加入 5mL HCl（6mol/l）置于沸水浴中加热 15min，使 Se^{6+} 还原为 Se^{4+}，加入 2.5mL Fe^{3+}（10 mg/mL）溶液，稀释至 25mL，酸度为 3mol/L 左右，摇

匀备用。

人发（Se）

AFS 法[34]

将采集的头发，剪成5mm的发屑，放在10%飘柔洗发水浸泡30min，并间断搅拌，用去离子水冲洗至无泡沫，沥干后在60℃烘箱内烘24h，冷却后称取0.1000g于50mL烧杯中，加入10mL混酸（HNO_3 + $HClO_4$ = 4 + 1）在电热板上加热消化至0.5～1mL时，取下冷却，用水转移至10mL比色管中，加入0.8mL HCl，再用水稀至刻度，混匀待用。

人发（Sr）

FAAS 法

发样用1% 海鸥洗发液加热至60℃ 浸洗，充分搅拌后用清水冲至无泡沫，去离子水冲洗三次，沥干后于90℃ 干燥备检。

准确称取剪碎的发样0.200g于消解器内①（若使用25mL容积的压力消解器，发样不宜大于0.3g），加浓 HNO_3　2mL，加盖过夜，次日再加入30% H_2O_2　0.5mL，旋紧消解器盖，烘箱中逐步升温至130℃，保持30min。取出自然冷却，开盖后加入10% EDTA二钠盐水溶液2mL，并转移定容为10.0mL。同时作试剂空白。

注：①用聚四氟乙烯压力罐消解。

人发（Sr等14种元素）

质子活化分析法

称取0.400g样品于烧杯中，加入100μg /mL Y内标溶液1 mL，2 mL浓 HNO_3，加热溶解，然后加入1.0g光谱纯石墨粉，混合均匀，在150℃ 左右蒸干，随后放入马弗炉中，在400℃下保持1h使有机物炭化，冷却后，用铝箔包成靶片在回旋加速器上进行辐照。质子束能量14.2MeV，流强2～3μA，辐照时间1h，用压缩空气冷却。辐照后的样品用带有Ge（Li）探测器的多道分析器进行放射性强度测定。

人发（Zn）

FAAS 法

取枕部靠近头皮3cm处左右的头发，用2%中性洗涤剂浸泡2～4h，再用水洗净，烘干。称取0.500g发样加5mL混酸（$HClO_4$ + HNO_3 = 1 + 6），放置过夜，消化，加1mL　SDS①稀至25mL混匀备用。

注：①SDS为十二烷基硫酸铜。

人发（Zn）

FAAS 法

称取0.100g左右人发①于20mL烧杯中，加入 HNO_3　5mL，盖上表皿于电热板上加热消化，再加入2mL $HClO_4$，继续消化，待溶液清亮后②，加入8mol/L HNO_3 0.5mL溶解，转入10mL比色管中，稀至刻度，混匀待测。

注：①发样应先用乙醇或丙醇洗净，蒸馏水冲洗并烘干。

②当样品未完全消化时，可在补加些 HNO_3，直至消化完全。

人发（Zn、Fe、Cr、Mg）

FAAS 法[36]

取距头皮 1.0cm 的头发 0.700～0.800g 左右，先用去离子水清洗，然后用乙醇浸洗，再用 1% 中性洗涤剂搅拌 5min，倾去清洗，用去离子水多次洗涤，干燥后备用。如发样沾污油脂较多，则可将发样浸泡于乙醚中，搅拌 10min，倾去乙醚，用 5% 十二烷基硫酸钠于 35℃浸泡搅动 20min，倾去浸泡液，用蒸馏水冲洗发样到洁净后，相继用丙酮，乙醚各洗一次，干燥备用。

称取处理后的发样 500mg 置于 25mL 比色管中，加入 1mL HNO_3，待反应缓慢后，置于沸水浴中，加热消解 40min，滴加 5 滴 H_2O_2，继续在沸水浴中加热消解，直至出现棕色气体时，再补加 5 滴 H_2O_2，如此反复进行 5 次。最后一次出现棕色气体时，加 1 滴 0.5mol/L H_2SO_4 和 1mL 饱和草酸铵溶液，继续在沸水浴中加热 40min，取出冷却，用去离子水定容至 10mL，备用。

新生儿发（Zn、Fe、Sr、Mg、Cd、P、Ni、Se、As、Mo、Cu、Mn、Al、Cr、Ba、S、Na）

ICP－AES 法[37]

人发样品取自云南大理洱海边三个白族聚居地区的单胎新生儿的发样，洗涤按常规进行。称取 0.250g 发样于 50mL 高型烧杯中，用 HNO_3 和 $HClO_4$ 分解，加表皿盖后。同法制配人发标准物质溶液 1 份和空白 2 份待测。新生儿发样不足 0.25g 时应相应减少 HCl 的加入量和定容体积，使待测溶液维持 10mg/mL 样品和 4.8mol/L HCl 介质。Se、As、Sb、Hg 用氢化物发生法测定。

人发标样（Y、La、Ce、Pr、Nd、Sm、Eu、Gd、Tb、Dy、Ho、Er、Tm、Yb、Lu）

ICP－MS 法[38]

将人发标样在烘箱中 80℃恒温 4h，称取 0.500g 干燥样品置入微波消解内罐内，加入 3mL HNO_3 和 1mL H_2O_2，把内罐放入外罐内，加盖，密封后置于微波炉内，进行微波消解 10min。冷却后，把消解液定量转移入 10.0mL 容量瓶中，用 1% HNO_3 定容至 10.0mL 摇匀待测。

2.4 血液

全血（Hg）

FAAS 法

全血中总汞的测定方法是将样品灰化处理后用原子吸收法测定灰化法包括湿式分解法，氧弹燃烧法，氧瓶燃烧法及石英管燃烧法等。

1、湿式分解法：湿式分解法使用的装置可将样品分解时产生的气体冷却，可消除因样发所导致的误差。分解方法有（1）$H_2SO_4 + HNO_3 + HClO_4$，（2）H_2O_2，（3）$HClO_4$，根据 AOAC 方法采用 $HNO_3 + H_2SO_4$ 法。

称取 10.000～50.000g 试样（干样称 10g 以下）置于园底烧瓶（500mL）A 中，干样加水约 50mL，加几粒玻璃珠，加 20mL HNO_3 连接好全部装置，冷凝管中通水，用低温加热（含脂肪的生物样品，在常温搅拌放置 30min 后加 25mL 水再加热）。打开活塞，初始反应后，加热使其流动，如果内容物呈暗色时，滴加 HNO_3，加热 30min 左右或反应平衡后，冷却，加混酸 $H_2SO_4 + HNO_3 = 1 + 1$（每 10g 干试样加 20mL 混酸），用低温加热，内容物成为暗色时，再滴加 HNO_3，待纤维状物质溶解消失后关闭活塞 B，继续加热到内容物成为滴加 HNO_3 前的暗褐色（不是黑色）。除了油脂外，如果其它物质全部溶解，停止加热，冷却。将内容物合并，每次用 25mL 水洗涤，共洗两次。将分解液冷冻，使油脂固化，用少量玻璃棉过滤，每次

用10mL洗涤装置和过滤器共洗2次合并到主滤液。用热水洗净装置后，将液重新放入，关闭加热，浓液中的物质，边加热边滴加 HNO_3，继续加热15min，（仅仅回流到冷凝管下半部以下），内容物成为无色或淡黄色时分解结束。冷却后，再将内容物合并，每次用50mL水由上方注入，注入两次，加热除去 NO_2，加40%　尿素溶液5mL回流15min，再以甲基橙为指示剂，用氨水中和。

全血（Ca、Mn、Cr、Mg）

FAAS法

抽取分析对象空腹静脉血2mL，注入经过处理的聚乙烯离心管内，振摇，完全溶血后，冰冻贮存。

取0.50mL血样于25mL消解器内，再加入1mL H_2O_2，加盖，置于130℃烘箱中消解2h，取出冷却至室温，用去离子水稀释至一定体积，摇匀备用。

全血（Cu、Zn、Ca、Mg）

微量进样FAAS法[39]

盛血容器采用5mL具塞试管，加入0.25mL　5%　肝素于试管底部，在80℃下烤干备用。采早晨空腹静脉血3~4mL，放入主试管中，轻轻转动使肝素溶解与血混匀，放入冰箱中保存。采集血样部位除一般灭菌消毒外，还用灭过菌的无离子水棉球擦洗2~3次，以免污染血样。

血清：采血方法同上，但不加抗凝集，待其凝固后以3000r/min离心10~15min，分离血清即可。

全血经 HNO_3-HClO_4 消解破坏有机物质，以1% HNO_3 定容（血清直接稀释）供测定Cu、Zn。再取一定量血样，加入La溶液，稀释后测定Ca及Mg。

全血（Cu、Zn、Fe、Ca、Mg、Pb 、Cd、Mn）

GFAAS法[41]

全血中分析此8元素有两种消化方法：（1）HNO_3+HClO_4 法（2）$H_2SO_4+HNO_3+HClO_4$ 法。文献认为（1）法有时易爆炸，故推荐（2）法。取5g静脉血，用 $HNO_3+HClO_4+H_2SO_4$ 湿式消解，然后用FAAS测定Fe、Cu、Zn、Ca、Mg，Fe用MIBK萃取，用GFAAS测定Mn、Pb 、Cd。称取5g全血样品用 $HClO_4+H_2SO_4$（1+1）及 HNO_3 加热分解，刚分解样品时，加入酸量要少些，并徐徐加热，注意不要起泡和突沸，加热到血样溶液不变，冒白烟，溶液呈淡黄透明时表示分解已完成。冷却后滴加氨水至溶液呈橙褐色，产生胶状沉淀为止，然后再滴加 HNO_3 使成橙褐色，再变成淡黄色透明溶液（pH=3）加水稀至20.0mL摇匀待测。

取上述样品液2.0mL用FAAS测定Cu、Zn

取上述样品液1.0mL加水到50.0mL，摇匀，用以测定Fe、Mg（FAAS法）。

取上述溶液1.0mL，加入0.2mL氯化锶（1000 μg/mL）溶液，加水稀至5.0mL用FAAS测定Ca。

在余下的16mL样品溶液中加入2mL 10%　三乙醇胺水溶液，放置5min，加2mL氨水，混匀，加2 mL 2% DDTC溶液，混匀。准确加入2mL MIBK并振摇10min，静置分层后＊用FAAS或GFAAS法测定MIBK中的Mr、Pb、Cd（一般使用FAAS法即可)①。

注：①因2mL MIBK层作FAAS测定Pb、Mn、Cd有时不够，所以事先作好准备工作，在短时间内完成。

全血（Pb）

GFAAS法[41]

作为研究检测工业上金属毒性的实例，取已加肝素抗凝剂的血样，该血样取自接触过含氧化铅灰尘的

病人。所有试剂，如 Triton－X 的稀释，以及与 Unisol（季铵碱 $R_4N\cdot OH$）反应后的浸煮，均用贮存于玻璃容器中的重蒸馏水。所用的 7 种样品制备方法叙述如下：

（1）0.5mL 血样＋4.5mL 重蒸馏水。

（2）0.5mL 血样＋4.5mL 0.01mol/L　HCl。

（3）0.5mL 血样＋4.5mL 2%　Triton－X。

（4）0.5mL 血样＋1.0mL Unisol，将此混合液在室温下静置一夜，至清彻后，再加 3.5mL 重蒸馏水。

（5）与方法（4）同，仅把 3.5mL 蒸馏水改为 3.5mL　0.01mol/L　HCl。

（6）萃取血铅所用的 EL[①]－改进法如后：在室温下，1 体积血样加入 1 体积予配的 $HClO_4$－Cl_3CCOOH 混合液萃取 1h，再用 8 体积 0.01 mol/L　HCl 稀释，最终得到的是稀释 10 倍的血样溶液。

（7）Mahin－Lolberg 浸煮法（以下简称 ML－浸煮法），1 体积已加肝素抗凝剂的血样，置于酸洗过的有盖试管中，加入等体积的 70%　$HClO_4$，在振荡器上充分混匀，置于 70～80℃的水浴中，搅拌 30～60min，直至血样完全溶解；再加 7 体积重蒸馏水稀释，最后得到的是稀释了 10 倍的血样混合液。

注：①EL－改进法：Einarsson－Lindstedt 改进法。

全血（Se）

GFAAS 法[42]

用静脉穿刺法取血样，用 HNO_3 和 H_2O_2 交替消解血样，消解后，残渣用 HNO_3 和 HCl 溶解，用硝酸稀释定量，摇匀备用。

全血（Se）

GFAAS 法[43]

取空腹静脉晨血 3～4mL 置于预先经 HNO_3，去离子水清洗处理并干燥的具塞试管中离心（3000 r/min）分离出全部血清。取清亮血清 2.0mL 置于 25mL 烧杯中，加入 HNO_3－$HClO_4$ 加热消解两次，用水吹洗杯壁溶解残渣，定容摇匀待测。

全血（Se）

AFS 法[44]

按常规采集血样，分取 0.5mL 血样于 50mL 烧杯中，加 2mL HNO_3，1mL $HClO_4$，加热至冒白烟[①]，取下，冷却，用少量水洗杯壁，加 1mL 甲酸溶液[②]，加热至激烈反应后，再次冒白烟并保持 3min。取下，冷却，加 4mL　铁盐溶液，转入氢化物发生器中，测定 Se。

注：①冒烟时间不宜过长，否则 Se 有损失。

②可以和残余的 HNO_3 完全反应，保证了试样样品溶液中不含亚硝酸根，因亚硝酸根的存在会严重并影响 Se 的测定。另一个作用是将形成的 Se^{6+} 迅速还原为 Se^{4+}。

全血（Se）

荧光分光光度法[45]

血液中 Se 的测定，由于 Se 的化合物容易挥发所以预处理方法十分重要，可分为干法和湿法两种：1、干法：（1）有氧瓶燃烧法。（2）低温灰化法，由于低温灰化时 Se 挥发损失，不便使用。2、湿法：主要有 HNO_3＋H_2SO_4、HNO_3＋$HClO_4$、HNO_3＋H_2SO_4＋$HClO_4$ 混酸等，常用的分解装置有烧瓶，凯氏烧瓶、高压溶样装置、带有回流冷却器的凯氏烧瓶等。

样品采集：使用真空采血管从肘静脉采集血液样品。取 1.00g 重蒸馏水和 4g 血液样品移入预先称重

的样品瓶中，盖严，强力振摇使之溶血。再次称量加入样品的样品瓶重量，计算血液样品重量，将样品瓶密塞，在约4℃的冰箱中保存。

预处理方法：取约2g血样于预先称重的茄形烧瓶中，准确称出样品重量。加入5mL HNO_3 和2mL $HClO_4$，按装好的装置，在覆套式电热器上加热回流30min，关闭在馏分收集器的活栓，将 HNO_3 回流分解样品，分解溶液呈黄色，在烧瓶内壁有白色结晶析出时打开活栓，将 HNO_3 放入烧瓶中，重复上述操作直至样品完全分解，样品分解后从冷却器上部加入约30 mL水，洗涤分解装置并煮沸几分钟。将茄形烧瓶中的样品溶液冷却后转移至50.0mL容量瓶中，以水稀释至刻度，摇匀，待测。

取20.0mL血样溶液含（Sn　20～300ng）于50mL烧杯中，加入2mL $HClO_4$（9 mol/L）缓慢加热至冒 $HClO_4$烟5min，（注意不要蒸干）放冷后加入3mL　HCl（12 mol/L)。加入0.5mL 4%　EDTA溶液，用 $HClO_4$ 或氨水调至pH＝1.0～2.0，加入0.1 mol/L　HCl溶液，总体积为50mL，盖上表皿水浴加热至50℃后，加入5mL　0.2%的2，3－二氨基苯溶液，轻轻摇匀，在50℃放置20min。冷却后溶液移至100mL分液漏斗中，用0.1 mol/L　HCl溶液洗涤烧杯，合并洗涤液和上述样品溶液，加入10mL的环乙烷，振摇5min，弃取水层。环乙烷层再用25mL（0.1 mol/L）HCl溶液振摇冲洗。在激发波长377nm、荧光波长519nm处测量环乙烷的荧光强度，用标准曲线法计算血液中的Se含量。此法测Se精度高，但手续复杂。

注：用GAAS法测量血中Se，比较普遍，但分析精度稍差。

全血（Se）

催化极谱法[46]

取0.3～0.4mL血样于125mL锥形烧杯中，加入1.5mL $HClO_4$、2mL HNO_3，5滴钼酸铵溶液，加盖表皿后于低温电热板（不超过120℃）上加热消解，保持微沸，回流冷凝至溶液呈淡黄色后逐渐升温至200～220℃，到冒 $HClO_4$白烟，在烧杯内不断回流冷凝至小泡冒尽，待烧杯内白烟渐渐变为清淡透明，溶液变成亮黄绿色（此时约已冒白烟3～15min）时取下冷却（注意切勿蒸干），以水吹洗表面皿和烧杯壁，再蒸至冒白烟后取下冷却，加5mL水，1mL 10%的 Na_2SO_3，将处理好的血样转移至50mL烧杯中，加1.5mL $HClO_4$，放置约15min，加入10mL氨混合液（150g　氯化铵＋10g　EDTA＋600mL水＋400mL浓氨水），5mL 2%　KIO_3（1%氨水）及6滴0.05%　动物胶，每加一种试剂后应摇匀，放置至室温后，于起始电位－0.55v处作图。结果用比较法与标准系列进行对照，硒量为0.025～0.300μg/20mL时与催化电流呈良好线性关系①。

注：①样品的消解是本方法的关键，有机物破坏不尽完全，加入底液后出现黄色，就会使催化电流明显降低，分析精密度变差。

全血（Si）

GFAAS法[47]

用装尼龙座针头注射器采取静脉血约1.0 mL，注入已干燥并预先加有12500单位肝素钠50μL的塑料离心管中，充分摇匀。取上述血液0.5mL，用于血液基体匹配标准，于预先加有4.5mL混合试剂（2%聚乙二醇辛基苯基醚（OP）和100μg/mL Ca溶液①以（1＋1）（V/V）混合）的塑料离心管中，摇匀，然后取6份各0.5mL，分别加入硅中间标准系列溶液（0，0.2，0.4，0.6，0.8，1.0μg/mL，均含2% OP溶液和100μg/mL Ca溶液）各0.5mL，摇匀，按仪器条件进行测定。另外再取上述血液0.1mL作为样品，用混合试剂稀释20倍，摇匀，按仪器分析条件测定。

注：①用Ca作基体改进剂。

全血（Zn、As、Ba、Ca、Cu、Fe、Mg、Mo、P）

ICP－AES 法[48]

吸取血样 1.5～2.0mL 于三角瓶中，加入 10mL HNO_3 和 0.5mL $HClO_4$ 在电炉上消化至澄清后，再加热至 $HClO_4$ 冒烟，蒸至近干取下冷却，加少许水溶解定容至 5.0mL 混匀待测，同时带试剂空白。

乳牛全血（Zn、Cu、Al、Cd、Fe、Ca）

GFAAS 法[49]

采集健壮无病乳牛全血样品，按每 10mL 样品加 0.1g EDTA 作抗凝剂。

准确移取 10mL 全血样品置于 100mL 凯氏瓶内，加入 30mL 混酸 $HNO_3 + HClO_4 = 5 + 1$，瓶口盖一支弯漏斗，静置过夜，次日在沙浴电热板上消化，保持微沸状态，直至棕色的 NO_2 消失，溶液变清并冒白烟为止。冷却后，用水定容至 25.0mL，摇匀，过滤，同时制备空白溶液待测。此溶液用以测定 Fe 及 Zn。

测定 Ca 时分别加入 2mL 5%　氯化锶。

测 Cu、Al、Cd 用石墨炉法测定。

兔血（K）

GFAAS 法[50]

取兔血样 0.5mL 于 50mL 高型烧杯中，加 2mL 混酸（$HNO_3 + HClO_4 = 1 + 4$）盖上表皿，在低温电炉上加热至黄烟消失开始冒白烟，冷却，用去离子水洗涤表面皿和烧杯，再置于电热板上蒸发至小体积（约 0.5mL），取下冷却，转移至 10mL 比色管中，定容摇匀待测。

血清（Ca）

FAAS 法[51]

准确称取 0.2mL 血清样品，加入 $LaCl_3$ 工作液 9.8mL，混匀待测①。

$LaCl_3$ 贮存液：准确称取 La_2O_3（分析纯）16.30g 加 67mL HCl，去离子水定容至 1000mL，含 $LaCl_3$　0.1mol/L，HCl 0.5 mol/L。

$LaCl_3$ 工作液：取 $LaCl_3$ 贮存液（1 + 10）稀释即可。

空白溶液：NaCl 8.180g 、KCl 0.373g 溶于 1000mL 水中定容。

注：①分析血清所采用的标准系列溶液应将 1000mg/L Ca 标准溶液用空白溶液稀释成 Ca100mg/L，加 $LaCl_3$ 工作液制成。

血清（Ca、Mg）

FAAS 法[52]

乙肝患者空腹采取上午血样 3mL，待凝固后，离心沉淀。吸取 0.5mL 血清放入洗净的容器中，置于水箱－20℃保存。测定前将样品用 0.2%稀 HNO_3 溶液稀释 50 倍，加入一定量 1%的硝酸镧摇匀备用。

血清（Ca、Mg、Zn、Cu、Fe）

FAAS 法[53]

取－20℃保存的健康人血清 28 例，糖尿病人血清 29 例，糖尿病并发症病人血清 26 例，待血清溶化后用含甲醇（1 + 100）的 0.2%　HNO_3 溶液稀释，稀释 50 倍用以测定 Ca、Mg；稀释 2 倍用以测定 Fe；稀释 4 倍用来测定 Cu、Zn。

血清（Cd、Mn）

GAAS 法

分析对象于上午空腹采取血样 3mL，凝固后，离心沉淀。吸取 0.5mL 血清置于洗净的容器中，在 -20℃冰箱中保存。测定前将血清样品用 0.2%　HNO_3 稀释 2 倍，加磷酸二氢胺（作基体改进剂），摇匀备用。

血清（Co）

GFAAS 法[54]

取住院患者空腹晨血 1.0mL 于预先处理洁净的试管中，静置后离心分出血清。取上清亮血清 0.5mL，加水 1.0mL，加 1.0mL HNO_3（1 + 1），离心除去沉淀物，取出全部上层清液，加入 0.5mL Triton X - 100（0.25%）0.15mL 偏钒酸铵（1.0mol/L）用水定容至 5.0mL，摇匀待测。石墨炉采用钨盐涂覆石墨管，偏钒酸作为基体改进剂。

血清（Cr）

GFAAS 法[55]

取血清 0.2mL 于 10mL 干净试管中，加入 0.4mL　$HClO_4$，于 135℃沙浴中加热 45min，冷却后加入 0.1mL H_2O_2，再加热 15min，然后升温至 180℃加热，直至试管内溶液全部蒸干，冷却后以 0.4mL　0.3 mol/L　HCl 溶解残渣，摇匀，进样 20μl 立即上机测定，同时做空白试验，用 $HClO_4 - H_2O_2 - HCl$ 处理样品可提高 Cr 的灵敏度。

血清（Cu、Zn、Mg、Ca）

FAAS 法[56]

取冠心病、糖尿病及高血脂患者的空腹静脉晨血，立即分离血清。取 1mL 血清，加入已用 1 + 10 的 6%正丁醇 4mL，用于测定 Cu、Zn。另取血清 0.1mL，加入水①4.9mL，测定 Ca、Mg。

注：①所用水为重蒸馏水，玻璃器皿均经（1 + 2）HCl 浸泡 24h 后，用蒸馏水反复洗涤，干燥后使用。

血清（Cu）

FAAS 法[57]

将受检者于 8 ~ 9 时抽空腹晨血约 3mL，离心，分离血清，置于 4℃冰箱中保存，备用。实验用玻璃器皿均经 HNO_3（1 + 1）浸泡 24h，然后用水冲净，烘干，备用。

吸取血清 0.6mL 置于小锥形瓶中，加入 4mL HNO_3 与 1mL $HClO_4$。在小锥形瓶上放一漏斗，于电热板上缓慢加热消解，待此溶液呈现无色透明至近干时，加水溶解并定容至 15mL，摇匀，待测。

血清、红细胞（Cu、Zn、Na、Ca、Mg）

FAAS[58]

高血压患者（Ⅰ、Ⅱ期）65 例，正常对照组 32 例。高血压组在抽血前停药二周以上，两组均取晨空腹静脉血 5ml，其中 3ml 放置后离心取血清，加入 2ml 肝素抗凝，用 0.9%　NaCl 溶液洗涤 3 次，取红细胞及血清（浓度高时可稀释）用 FAAS 测定。

血清（Ge、Sr）

GFAAS 法[59]

血清样品使用一次性注射器，将所采集的空腹病人血液移至聚乙烯塑料管中，静置 3h 以上再离心分离，将上层血清吸入另一支聚乙烯管中，贮存于 -20℃冰箱中。检测时取血清 200μL，800μL，用 0.01 mol/L HNO_3（内含 0.1% 的 Tirton X-100）稀释于 1mL 玻璃样品杯中。

环境水样：取水样和上述 HNO_3 稀释液按体积比（1+1）混合，直接进样测定，采用标准加入法。

测定 Ge 时加入 20μg Pd 作基体改进剂。

血清（Mn、Cr、Co、Ni）

GFAAS 法[60]

吸取 1.000mL 血清于 10.0mL 容量瓶中，加 1%混合液（即 1% TritonX-100 和 HNO_3 混合液：取 10mL TritonX-100 和 10mL HNO_3 用 H_2O_2 稀释到 1000mL 容量瓶中）2mL，用水定容，摇匀，待测。

血清（Se）

FI-HG-AAS 法[61]

取血清 0.3mL 于洁净的 10mL 具塞刻度试管中，加 2mL 混酸（$HNO_3 + HClO_4 = 4 + 1$），在温控电热板上于 100℃下溶解 1h，升温到 200℃至冒大量白烟，使溶液约余 0.5mL 左右，取下冷却后用 25mol/L 的 HCl 稀释至 5mL。冷却后用 2.5mol/L 的 HCl 稀释至 5mL①。

注：①最好使用自控电热消解器，将装有消解液的刻度试管插入炉盘上的圆孔中，石墨温度由底部侧孔连接温控器桥路的铂电阻实行温度控制。以免 Se 在消解过程中损失。

血清（I）

GFAAS 法

取 1mL 血清置于坩埚中，加入 3g Na_2CO_3和 0.5g $Mg(NO_3)_2$ 混合①，炭化后移入马福炉内在 620℃下灰化 1.5h②，取出以稀 HNO_3 溶解定容③，同时做空白试验。

取上述溶液 2mL 分别加入 $AgNO_3$和 NaS_2O_3 溶液，充分振荡，离心，取上层清液进行测定 Ag，由 Ag 再换算出 I 的含量。

注：①Na_2CO_3和 $Mg(NO_3)_2$ 为助溶剂。

②灰化温度以 650℃以下为宜，超过时碘化物容易分解。

③因 I^- 容易被强氧化剂氧化，生成 I_2 影响测定结果，故不使用 $HClO_4-HNO_3$ 湿法消化。

血清（Pb）

GFAAS 法[62]

取血样放入洁净干燥的小试管中，不加抗凝剂，让其自行凝固，离心分离，吸取上层清液（血清）于洁净干燥的聚革乙烯管中，置水箱（约 4℃）中保存备用。

吸取 0.500mL 血清于高型小烧杯中，加入 1mL 混酸（$HNO_3 + HClO_4 = 4 + 1$），盖上表面皿（为防止污染，在消化过程中始终盖表面），在低温下加热，至冒白烟。继续加热至溶液刚刚蒸干，冷却，加入 1.5mL 1%HNO_3 溶解残渣，定容于当天测定（否则结果偏低）。

血清（Se）

GFAAS 法[63]

用一次性注射器抽取受试者早晨空腹时静脉血 1mL 于 2mL 干燥的离心管中，放置 2h（37℃水浴）后，用 3000 转/min 离心机离心 15min，吸取上层血清于 1mL PV 塑料管中，置冰箱中保存待用。

吸取上血清 0.100mL 于含有 100mL 基体改进剂①的样品中，混匀后，与称样一起按仪器工作条件用加入法进行测定。

注：①选择了 Cu、Ni、Fe 及 Pd 作试验，结果以 Pd^{2+} 的效果最好，故用 Pd，其用量为待测元素的 800 倍。同时因样品为有机物且粘度高，在灰化阶段有喷溅的扩散现象，为稳定试样又加入了表面活性剂 Triton X—100，加入量为待测试样的 0.1%。

血清（Sn）

GFAAS 法[64]

取肿瘤患者空腹静脉晨血 4－5mL 于试管中，静置后，经高速离心分离出血清，取上层清亮溶液 2mL（严禁溶血）于 50mL 烧杯中，加 2mL HNO_3（1＋1），加盖加热片刻，加 1mL H_2O_2，加热到近干（严禁全干）。取下用水吹洗表皿和烧杯，加热，冷却后定容至 50.0mL，摇匀，待测。

血清（Se）

AFS 法[65]

采集正常人血清，均取早晨空腹血，分离血清后备用。

取血清 0.5mL 于三角烧瓶中，加 20mL　HNO_3，2mL $HClO_4$。盖上小三角漏斗，于电热板上加热至 110℃～120℃之间，颜色变白后继续升温至 180℃～190℃之间，至瓶内充满白烟。冷却后加 6mL HCl（1＋1）煮沸后定容于 10mL 比色管中备用。

血清（Sr）

GFAAS 法[66]

本法用 0.01mol/L HNO_3　Triton X－100 作稀释液稀释血清，采用平台技术、两步斜坡干燥，石墨炉原子吸收光谱法测定血清中锶。由于采用含 Triton X－100 的硝酸作为样品稀释液，能有效避免干燥阶段的喷射和扩散，对试样起很好的稳定作用。

血清（Sr、Al、As）

ICP－AES

称取 0.250 g 洗净烘干的发样于高型烧杯中，或 1.0mL 血清样于聚四氟乙烯坩埚中，加入 1mL 浓 $HClO_4$ 和 5mL HNO_3，加盖放置过夜。于 120℃ 加热消解，冒烟至近干。若消解不完全或炭化，补加少许浓 HNO_3，继续加热，蒸至近干。冷却后加浓 HCl 微沸，冷却定容，人发样品定容为 100mL，血清样定容为 5.0mL，定容后 HCl 浓度 4.8 mol/L。继而按氢化法或雾化法测定，同时制备和测定人发标准物质和空白。

血清（Zn、Ge、Sn、Se、Hg、As、Sb、Na、S、K、Ca、P、Mg、Fe、Si、Cr、Ba、Be、Mo、Sr、Pb、Al、Cu、Ni、Ti、Co、Cd、V、Mn）

ICP－AES 法

血清样品由陆军五十七医院采集。准确取 1.0mL 血清于聚四氟乙烯坩埚中，加 5mL HNO_3，1mL $HClO_4$

加盖，在120℃加热分解有机物，冒白烟至近干。若分解不完全或碳化，补加1mL HNO_3，继续加热至近干，冷却加2mL HCl，加热微沸1min，小心用去离子水转移并定容至5.0mL同法制备人发标样物质（GBW 09101－2143）和空白两份。待测。

溶液中30种元素分为两组，一组为Ge、Sn、Se、Hg、As、Sb用氢化法ICP－AES测定（使用PTL HYD－046型自动氢化物发生器），另一组24种元素用ICP－AES法测定。

血清（Zn）

分光光度法[67]

取四支试管分别用于放置测定溶液、测定空白、标准溶液和试剂空白溶液，在四支管中分别加入0.2mL血清、0.2mL15.3μmol/L的锌标准溶液和0.2mL去离子水，再在四支管中各加入1.0mL胍应用液（28.6g盐酸胍和1.2g三羟甲基氨基甲烷，溶于40mL去离子水中，加入0.75g氯化钠和0.25g抗坏血酸，用水稀释到50.0mL），0.1mL 5mol/L吡啶偶氮间苯二酚溶液和0.05mL水合氯醛，混匀后静置5min，在1cm吸收池中，以试剂空白为参比，在波长500nm处测定各管内溶液的吸光度。

新生儿血清（Zn、Cu、Fe、Ca、Mg、Cr、Mn）

GFAAS法

由于脐血与初生儿血具有一致性，因此样品在娩生断脐时，由专人收集脐静脉血，使用一次性注射器抽取于聚乙烯塑料管中，静置3h后离心分离，将上层清液吸入另一聚乙烯管中，贮于－20℃的冰箱中备测。

取30.0mL血清，以正丁醇（6%）稀释10倍，以FAAS法测定Zn、Cu、Fe；取上述已稀释的血清以$SrCL_2$（0.01%）再稀释10倍，用以测定Ca、Mg。以石墨炉法测定Cr及Mn，测定Cr及Mn时，取血清0.2mL，以0.6mL 0.01mol/L HNO_3（内含0.1%的TritonX－100）稀释至1mL，置于样品杯中待测。

胎盘血清（Zn、Cu、Fe、Co、Ni、Mn、Cr、Mo、V、Cd、Sr、Pb、Al、Ca、Mg）

ICP－AES法[69]

将及时从胎盘血中分离出来的血清移入干净的刻度管中，加入3mL HNO_3，密封，放入冰箱，低温保存，把经冷消化后的血清全部移入50mL烧杯内，在加2mL HNO_3在电热板上低温加热。待溶液基本澄清，加入2mL HNO_3在电热板上低温加热。待溶液基本澄清，加入2mL $HClO_4$，强热。直到将酸赶尽。溶液基本蒸干，加入5mL 0.5 mol/L HCl微热，转入10mL具塞比色管中，用水定容，并摇匀，待测。

动物血浆（Mo）

GFAAS法

移取1.0mL血清或血浆样品置于玻璃烧杯中，加入2mL HNO_3、1mL $HClO_4$和0.5mLH_2SO_4，在电热器上加热消解，有机物被完全破坏之后，煮沸除去过剩的酸。用10mL蒸馏水溶解残渣，转移到液－液萃取器中，加入甲酚红指示剂，用8mol/L氨水调节到pH≈1.6（橙红色），加入200μL 5%（m/V）8－羟基喹啉醋酸溶液（100mL溶液中含有12mL冰醋酸），用5mL氯仿萃取钼的8－羟基喹啉络合物。移取2.5mL氯仿萃取物，在氮气流中，蒸发至干，残渣溶解于0.5mL 0.05mol/L 三羟甲基氨基甲烷－HCl缓冲溶液（pH＝7.95），至少放置2h，通常是放置过夜让残渣完全溶解，定容，待测①。

注：①此方法适用于分析反刍动物血浆。

血浆（Ca、Zn、Cu、Fe、K、Na、Mg）

FAAS 法

按常规采肘静脉血 3.0mL，加入 EDTA 抗凝，用 3000r/min，离心 10 min，取血浆置于 -20℃低温冰箱保存待测。

准确吸取血浆 1.0mL 于 5mL 具塞刻度试管中，加 5mL　HNO_3（1%），混匀用于测定 Zn、Cu、Fe（样液 A）。

准确吸取样液（A）1mL 于 10mL 具塞刻度试管中，加 0.01% 的 $SrCl_2$ 溶液至 10.0mL（样液 B），用于测定 K、Na、Ca、Mg。

为使样品溶液与标准溶液的提升速度一致，使测定结果更加准确，故在标准工作液中加入一定比例的甘油，使其粘度与被测试样相近似，实验表明，血浆 5 倍，稀释与混合标准液的 6% 甘油溶液粘度接近，血浆稀释 50 倍时与未加甘油的混合标准液粘度相近。

血浆、红细胞（Ca）

FAAS 法[70]

血浆总钙：用一次性塑料注射器采集血样，注入经肝素处理并于 37℃干燥的试管中，室温离心（3000 r/min），吸取上层血浆 0.1mL 于 1.5mL 塑料离心管中，加 0.9mL 10% 三氯乙酸①（含 5000 μg/g　La^{3+}），离心沉淀去蛋白，上层溶液待测 Ca。

红细胞总钙：取新鲜肝素抗凝全血 1.0～1.5mL，室温离心（3000 r/min）5min，弃去血浆和白细胞，红细胞以 10 倍体积的冷 0.9% NaCl 溶液洗涤 3 次，每次洗后都离心（3000 r/min）5min 分层。吸取洗净红细胞 0.5mL，加入 10%　三氯乙酸溶液（含 5000 μg/g La^{3+}）1mL，用旋涡混合器混匀，离心（12000 r/min）10 min，取上层清液测 Ca。

注：①三氯乙酸为消除 P 对 Ca 的干扰抑制剂。

血浆、血球（Zn）

微量进样 - FAAS 法

按常规采集血样，置于具塞试管中，加入抗凝剂，以 2500r/min 的转速离心分离 10min，移取上层淡黄色透明血浆清液，用去离子水稀释 10 倍，用作测定血浆中锌的试样。下面的沉淀用生量盐水洗涤 5 次，用去离子水稀释 100 倍，用作测定血球中锌的试样。移取一定量试样于 10.0mL 容量瓶中，加入 0.5mL 0.7%　NaCl 溶液作为基体改进制，用去离子水稀释到刻度。

血浆（稀土元素）

ICP - MS 法[71]

血浆由长春中心血站购得，经离心和超滤处理，4℃冷藏，直接稀释法：取 1.0 mL 血浆于 10.0mL 容量瓶中，定量加入内标以后，以 1%（V/V）HNO_3 稀释至刻度。

HNO_3 - H_2O_2 消解法：取 1.0 或 2.0mL 血浆于 50mL 石英锥形瓶中，加 2 mL HNO_3 回流加热 2h 之后，开盖蒸发至约 1mL（剩余液中无干渣，否则会有不溶物产生，影响进样），放凉至室温，滴加 H_2O_2 0.5mL，温热，H_2O_2 分解后，转移至 10.0 mL 容量瓶中，加入 In 内标后，以水定容至刻度，得到浅黄色透明溶液，平行做 3 份空白。

HNO_3 - $HClO_4$ 消解法：取 1.0 或 2.0mL 血浆于石英锥形瓶中，加 2 mL 浓 HNO_3 回流加热 2h 之后，加 1mL 加热蒸发至白烟，至近干，加 0.5mL HNO_3　温热，转移至 10.0 mL 容量瓶中，加入 In 内标后，以水

定容。平行做 3 份空白。

人红细胞膜（结合钙）

FAAS 法[72]

器皿处理：所用实验器皿都用 HCl + HNO_3 + H_2O = 3 + 1 + 4 溶液浸泡 24h，作去 Ca 处理，然后经流水冲净后用双蒸馏水洗三次，烘干后，防尘贮藏备用。

样品采集及制备：按常规法采静脉血 3mL，加肝素 pH 7.4 等渗 Tris – HCl（含肝素 500 单位/mL）缓冲溶液抗凝，对照组体检确认无高血压，肝、肾、心疾患者，病人组为高血压和冠心病患者。

人红细胞膜的制备：采用 Dodge 氏法制备胞膜，并作了一些改进。立即吸取加肝素抗凝的静脉血 2mL，在 500r/min 离心 5min，使红细胞沉淀，用吸管吸尽血浆及红细胞表层的绒毛状沉淀层，红细胞用 5 倍量 pH 7.4 等渗 Tris 缓冲溶液洗涤三次，每次以 600r/min 离心 5min，然后在洗净的红细胞中，按 1 + 20 的比例加入在 0 – 4℃预冷的 pH 7.4 等渗 Tris 缓冲溶液，边加边慢慢地搅拌，使红细胞溶血，于 4℃ 12000r/min 离心 20 min，使红细胞膜沉淀。去掉上层血红蛋白液及离心管底部白色硬结沉淀物。红细胞结膜再用 pH 7.4 等渗 Tris 缓冲溶液重新洗涤，离心三次，最后获得乳白色红细胞膜样品。将得到的红细胞膜悬浮在 5mL pH 7.4 等渗 Tris 缓冲液中，分装在小塑料管中，放入 4℃冰箱保存，备用。

用微量吸管移吸红细胞膜悬液 1 .00 mL，放入消化管中，分别加入 1 .00mL HNO_3 和 $HClO_4$，摇匀后加热微沸 6min。直至溶液变成无色为止，取下冷却后，转移到 10.0mL 容量瓶中，加 1mL EDTA（10%）溶液，用水稀释至刻度，混匀后待测。

红细胞（Li）

FAAS 法[73]

吸取抗凝血 2.5mL，置于 10mL 刻度离心管中，径 1000r/min 分离 10min，用吸管吸出上层清液（血浆），取出白细胞膜和淋巴细胞，下层为红细胞。红细胞按上述方法用生理盐水小心洗涤 3 次，得到完整的红细胞①。取经计数后的红细胞液 0.5mL 置有刻度的石英试管中，加混酸（$HClO_4$ + HNO_3 = 1 + 3）0.5mL，于 150℃消化至无色透明，定容、摇匀、待测。

注：①分离红细胞时，要注意不要打破红细胞，否则会影响红细胞计数和定量。

红细胞膜（结合镁）

FAAS 法[74]

采静脉血 3.5mL，加肝素 pH 7.4 等渗 Tris – HCl 缓冲溶液抗凝（简称缓冲液）。

采用 Froman 氏的分子筛琼脂糖凝胶分离方法制备红细胞膜。将抗凝血于 4℃下，1000r/min 离心 5min，使细胞沉降，用吸管吸尽血浆及红细胞表面的绒毛状附着层。用 5 倍量 pH 7.4 等渗 Tris 缓冲液洗涤 3 次，每次都在 4℃下用 1500r/min 离心 5min，吸取洗净的红细胞 1.00mL，加 20 mL 在 0 ~ 4℃预冷过的 pH 7.4 Tris – HCl 缓冲液，使红细胞溶血。每次以 3mL 细胞溶血物上 Sepharose 4B 检（23 × 1.6cm），用缓冲液洗，以核酸蛋白检测仪在 280nm 波长，检测自动收集的各红细胞膜流分。将无血红蛋白的高峰组分合并，于 4℃下用 3000r/min 离心 20min，即可得乳白色红细胞制。

红细胞膜（Mg）

FAAS 法

将红细胞膜悬浮在 5.00mL 缓冲液中，分装于小塑料袋中，于 4℃冰箱保存。

吸取红细胞膜悬溶液 1.000 mL，放入消化管中，分别加入 1.0mL HNO_3 和 $HClO_4$，摇匀后加热微沸

6min，直至溶液无色。冷却，转移到10.0mL容量瓶中，加1mL 1g/L　La^{3+}溶液，用水稀释至刻度，混匀待测。

红细胞（Zn、Fe、Cu）

FAAS法[75]

对象为肺结核患者，按常规取血样。取肝素抗凝血2mL于特殊试管中在2000r/min转数下，离心10min，弃白细胞层及上清液，加4mL生理盐水洗涤，反复3次，然后再以3000r/min离心10min，取红细胞层0.5mL于离心管中加1mol/L　HNO_3　2mL振荡破坏红细胞，放置5min后加2mL　1mol/L　HNO_3混匀，以3000r/min离心10min，反复浸泡提3次，合并每次上层清液定容10.0mL，待测。

耳血（Cu）

微量注射进样一阶导数**FAAS法**[76]

采血用器材全部为非金属器皿，用自来水洗净后浸泡于洗液中0.5h，然后依次用自来水和二次蒸馏水各冲洗5遍，其后转入5% HNO_3浸泡3遍（24h/遍），最后用二次蒸馏水冲洗3遍，置于50℃干燥箱中烘干备用。

将耳垂适度按揉后用酒精棉球消毒，用一次性刺耳针刺破耳垂中下部，适度挤压伤口后用20μl微量取液器取样，然后迅速将其转移至装有200μl稀释剂的带塞样品瓶中（聚乙烯塑料瓶，容积约1.5mL），并用取液器塑料尖将其混匀，置于冷藏箱中保存，备用。

耳血（Cu、Zn、Ca、Mg、Fe）

FAAS法[77]

将被采血者耳垂部先用75%酒精棉球消毒，后用0.1% HNO_3棉球擦试，用一次性刺血针针刺，擦掉第一滴血，然后用微量吸液器①，定量吸取10μl耳血，置于100μl，0.05% TritonX－100稀释液中（稀释11倍），用旋滴振荡均匀，备用。

测定Ca、Mg时，取TritonX－100稀释的血样（11倍），再用1.5% HCl＋0.1% La＋0.1% KCl稀释11倍，即总共稀释121倍。测定Fe时，取TritonX－100稀释血样（11倍）再用20% HCl稀释16倍共稀释倍数176倍。对于Cu及Zn样品溶液，可直接取TritonX－100稀释的血样（11倍）进行测定②。

注：①比较玻璃和EPPerdorf微量吸液器（可更换塑料吸头），玻璃微量注射器容易造成污染，尤其Fe更为严重。

②用此法处理的血样可在冰盒中放置15天。方便于临床测试。

耳血（Zu、Ca、Fe、Cu）

AAS法[78]

用定量毛细管采早晨空腹耳垂血40μl，加入适当浓度的细胞溶解液稀释适当倍数，定容，摇匀备用。

2.5　尿液

尿（As）

HG－AAS法

排泄到尿中的As约85%是甲基化合物，其余是砷酸、亚砷酸及其它砷化物。故一般分析前将尿中总砷分解成无机化合物后再测定。

尿的分解方法有 $H_2SO_4 + HNO_3$ 湿法消化及加入氧化镁的干式灰化法两种。

尿中砷的 $H_2SO_4 + HNO_3$ 湿式灰化步骤如下：

准确移取 10.0～20.0mL 尿样于分解用容器内，加 5mL HNO_3（1 + 4）放置数 h。然后在电热板上徐徐升温至约 200℃，煮沸，溶液变为淡黄色。液量少于 5mL 时停止加热，冷却后小心地加入 1mL H_2SO_4。灰化后残存的 H_2SO_4 影响测定，所以要根据分解速度加入适量的 H_2SO_4。再次在 200℃加热，液量少于 1mL 时滴加几滴 HNO_3，加热到 NO_2 褐色烟消失后再加 1mL HNO_3，加强热约 10min，灰化结束。

样品溶液的制备是在样品灰化液中入 5mL 10% 尿素或饱和草酸铵溶液，煮沸 10min，除去过量的硝酸，然后加 5mL HCl 和 1mL 40% 碘化钾溶液，放置 5min 后定容。过量的 H_2SO_4 对还原反应几乎没有影响，但 HNO_3 超过 1mL 时就影响还原反应。尿的主要成份 Na、Ca、Mg 和 K 不影响还原反应。用氢化物发生原子吸收法测定尿中 As 时，取尿样一般为 10mL。

尿（Cd）

GFAAS 法

在盛有 1mL 尿样的 10×75mm 玻璃试管中，加入 0.5mL 10g/L APDC，混匀后加 MIBK 0.5mL。加盖，振摇 30s 溶剂层用微吸管分离，转移至聚乙烯样品杯中。有时为了得到良好的分层效果，可离心 5min 左右。测定萃取液中的 Cd。

注意：萃取后最好立即分析。用 GFAAS 法进行测定。

尿（Cr）

GFAAS 法[79]

取 100mL 尿样和 20mL 浓硝酸于 250mL 高型烧杯内，盖上玻璃表面皿，放置过夜后，取下表面皿在电热板上缓缓加热分解。为使样品分解完全，在样品蒸至近干时冷却，加 10mL HNO_3 和 2mL 30% H_2O_2 混合液，再加热浓缩。徐徐加入少量纯水溶解烧杯底部析出的白色残渣，滴加氨水（3%）调至 pH 约为 6.5，酸度用 pH 试纸检查，液量越少越好。

把此溶液通过阳离子交换树指柱（Dowex 50W－X8，50～100 目，1.5cm 直径×10cm 高）用纯水充分洗净树脂柱，合并洗液并加纯水到 25.0mL 作为样品溶液。摇匀待测。

尿（Hg）

冷原子吸收法[80]

取尿样 25.0mL 于 250mL 容量瓶中，加保护液（0.10g 重铬酸钾，溶于 10mL 5% HNO_3 中，再用 5% HNO_3 稀至 1L 即可）10mL，HNO_3 10mL，在锥形瓶口插一小玻璃漏斗，在电热板上低温加热，待黄烟冒尽，再回流 2h，冷却后转入 25.0mL 容量瓶，用汞保护液稀于刻度，摇匀待测。

尿（Hg）

催化动力学分光光度法

取一定量 Hg（Ⅱ）标液加入到 5.0 或 10.0mL 尿液中，转移到 100mL 烧杯中，加 2mL HNO_3 和 10mL 3%（m/V）的高锰酸钾溶液消解。用 3%（m/V）的草酸钠溶液除去多余的高锰酸钾。为消除 Mn^{2+} 的干扰，将上述溶液用 NH_4Cl/NH_3 溶液碱化，并加入数滴 H_2O_2。过滤除去形成沉淀的锰。滤液加热除去过量的 H_2O_2，转移到连续滴加试剂（CAR）系统的反应器中，加入 6.0mL 0.01%（m/V）DBPT 甲醇液，10mL 0.144%（V/V）过氧化氢溶液和 2mL 1.75mol/L pH 为 10.35 的 NH_3/NH_4Cl 缓冲溶液，混匀后用蒸馏水稀释至 80mL。以 0.6mL/min 的速率向此溶液中连续滴加 5.0μg/mL 的 Cu^{2+} 溶液，并以 200r/min 速度搅拌。

在波长 415nm 处，用计算机以 3.6s/点的速率采集此抑制反应动力学数据（吸光度对时间），以同样的过程检测空白（无汞）溶液的消解反应过程。

尿（Hg）

分光光度法[81]

取尿液 100mL，加 HNO_3 15mL，回流消化 1h 后，水浴上蒸发至 10mL 左右，滴加 2 mL　30% 的 H_2O_2 进一步消解，并蒸发至盐类析出，赶尽氮的氧化物，以 10mL 水溶解盐类，转移至 25mL 比色管中，加入 pH 为 11.5 的 B－R 缓冲溶液 5mL，0.025%（m/V）APDNBT① 的乙醇溶液 2mL，1%（V/V）吐温－80 水溶液 20 mL，混匀，定容，充分摇动后室温下发色 5min，以 1cm 比色皿，对试剂空白在 445nm 参比波长和 538nm 测量波长下测定，并求得吸光度差值。

注：①APDNBT 为三氮烯。

尿（Hg）

FI－FAAS 法[82]

尿样可用下法制备：5.0mL 尿液加入 100ng/mL Hg 作为无机汞、氯化甲基汞或乙酸苯汞的示踪物，置于 125mL 烧杯，加入 0.75g　$KMnO_4$ 固体。滴加 5 mL H_2SO_4，消化后再加入 25%　盐酸胲 1mL，定量转移到 25.0mL 容量瓶，用二次去离子水稀释到刻度，供分析用。流动注射操作条件经优化为：氩气流速为 100mL/min；溶液总流速为 20.8mL/min，各种溶液流速比例为水载体溶液：36mol/L　H_2SO_4：5%　$K_2S_2O_8$：10%　$SnCl_2$ = 1.54∶1.00∶1.54；样品体积为 500μL

尿、全血、唾液（Li）

FAAS 法[83]

吸取尿液 1.00mL（唾液 0.50mL，人血 0.50mL）于镍坩埚中，加 10 滴 $H_2SO_4$①（1 + 1），置于低温电炉上，小心蒸干。取下用镍盖盖上，稍留缝隙，以防止炭化及灼烧过程的飞溅损失。将其送入 300℃电阻炉中，10 ~ 15min 后以 2 ~ 3℃/min 的速度升至 500℃，灼烧 30min，灰烬用 1mL H_2SO_4（1 + 9）溶解，并加热至沸，取下，冷却后用少量水吹洗坩埚盖，洗液合并于镍坩埚，过滤后移至 10.0mL 容量瓶，加入 3mL 铝溶液②并以水定容。试液与标准溶液的酸度应控制一致，直接测定或标准加入法在原子吸收光谱仪上进行测定。

注：①H_2SO_4 作为灰化辅助剂。

②Al 作为干扰抑制剂。

尿（Mn、Cu、Ni）

ICP－AES 法

移取 100mL 尿样，调节 pH = 6.5 ~ 7.0，用 Millipore 公司的 HA 型滤孔 0.45mm 滤膜过滤，以 5mL/min 流速通过 Metalfix 聚胺型螯合树脂柱①（150 ~ 300mm，柱内径 1.7cm，长 30cm），用去离子水淋洗两次后，用 10 ~ 12mL 1mol/L　HNO_3 洗脱，再用 5mL 去离子水淋洗。将洗脱液蒸发浓缩，转移到 10.0mL 容量瓶中，用去离子水定容。待测②。

注：①树脂用 1mol/L NaOH 再生。

②Mn、Cu 用标准曲线法测定，Ni 用标准加入法测定。

尿（Sb）

FAAS 法[84]

取 10.0mL 晨尿于 50mL 三角瓶中，加入等体积的 HNO_3，$HClO_4$ 混酸（3 + 1）于电热板上加热温度控制在 100 ~ 150℃至溶液呈透明无色，蒸至 0.5mL 取下，加 100g/L 酒石酸溶液 0.5mL，定量移入 50.0mL 比色管中以水定容，以波长 217.6nm 处用火焰原子吸收法测定。用此法测定了正常人的尿值。

尿（Sb）

平台 GFAAS 法[85]

取 1mL 尿液于 50.0mL 比色管中，加入 0.4mL Ni 溶液［10mg/mL，称取 1g 金属 Ni 溶于少量 HNO_3（1 + 1）中，用水稀至 100mL］作为基体改进剂，0.6mL 水，摇匀待测。

标准曲线：因正常人尿中 NaCl 含量为 10 ~ 15g/24h 日排尿量为 1 ~ 2L，为标准溶液与样品溶液的基体基本一致，故在标准系列中加入 10mg NaCl。

尿（I）

分光光度法[86]

采集晨尿样 2 - 3mL 置于洁净的青霉素小瓶中，加盖拧紧。置于 4℃冰箱中保存，待用。

摇匀尿样，使所有沉淀物混悬，取 1.0mL 于磁坩埚中，加入 0.2g 固态碳酸钾和 0.5mL 10% $ZnSO_4$ 溶液摇匀，置于马弗炉中，从常温升至 110℃使其干燥后，将温度固定在 700℃灰化至黑色残渣，取下冷却至室温，加 10mL 水搅拌均匀，静置过夜。

取上述上层溶液 5.0mL 于 10.0mL 比色管中，加 0.4mL 硫氰酸钾溶液及 1mL 亚硫酸钠溶液摇匀，再加 1.5mL 硫酸铁盐溶液和 0.5mL 稳定剂，用蒸馏水稀释至刻度后进行比色。

尿（U）

激光诱导时间分辨荧光光谱法[87]

取 10.0 mL 尿样，用 Fluran 10%溶液稀释 100 倍，取 1mL 供分析用。用 337nm 的氮激光器，发射 25Hz 能量约 1.5mJ 的 5μs 脉冲为激发源，聚焦透过 4mL 的石英池。激发出的荧光（499nm）用光电倍增管接收并放大，微机控制采集时间分辨荧光光谱和寿命。尿样吸收光谱用 CARY 17 分光光度计（Varian 公司）测定。激光脉冲后阀门设置为 35μs。采用标准加入法，荧光光谱采用 499nm 的荧光强度扣除 450nm 的背景取得。可用两种方法测定尿样铀浓度：一种是标准加入法，即先测定 1 次尿样，加入铀标准参考物质后再测定 3 次，从荧光强度对浓度所作图中可测得尿样中铀的浓度。第二种方法为初始荧光法，荧光衰变曲线为 $F = F_0e^{-t/J}$其中，J 为荧光寿命，取决于介质组成；F_0 作为时间 t = 0 时的荧光强度，它和介质组成无关，和样品中铀浓度成线性关系。用荧光强度的对数和时间作图可求出荧光寿命（斜率的倒数）和荧光初值 F_0，将样品的 F_0 和已知浓度铀标准参考物质比较即可算出所测样品的铀浓度。两法测定结果基本相同，检出限均为 3μg/L 原始尿样。

尿液、血清和人发（Zn、Cu）

双波长分光光度法[88]

测量尿液时移取 3.0mL 新鲜尿液加入 30mL 硝酸和 9mL 过氧化氢，回流消化至无色，在电炉上加热约 1min，冒尽黄烟，冷却后，用 2mol/L NaOH 调节至中性，定容至 10.0mL，待测定 .

测定发样时，将采集的发样依次用洗衣粉和去离子水洗净，用不锈钢剪刀剪成 1 ~ 5mm 长度，烘干备

用．准确称取0.500g发样置于50mL烧杯中，加入10mL　HNO_3和3mL　H_2O_2，放置过夜．以下按处理尿液同样的方法处理．

移取一定量的试液于25.0mL容量瓶中，依次加入7.5mL pH=9.0的0.35mol/L　NaH_2PO_4缓冲溶液，2.5mL混合掩蔽剂（250mL溶液中含1.75g柠檬酸钠、0.875g三聚磷酸钠和0.075g邻二氮菲），2.5mL 100mg/mL　OP乳化剂和2.5mL 1.0mg/mL　4-(2-吡啶偶氮)萘酚（PAN）-乙醇溶液，用去离子水定容。显色5min后，在1cm吸收池中，以试剂空白为参比，分别测定519和573nm处的吸光度。

测定血清时，移取1.0mL血清，加入1mL 2mol/L　HCl摇匀，10min后加入0.5mL　1.2mol/L三氯乙胺溶液，搅匀之后，以3000r/min速度离心分离10min。移取1.0mL上清液于5mL具塞比色管中，加入0.5mL 1mol/L NaOH，7.5mL pH=9.0的NaH_2PO_4缓冲溶液，0.7mL混合掩蔽剂，0.5mL OP乳化剂，0.5mL PAN乙醇溶液，用去离子水定容至4.0mL。按测定尿液中铜和锌的同样方法进行测定。

尿样、血（V)

GFAAS和ICP-AES法[89]

将采集的尿样置于聚乙烯瓶中，血样置于有肝素的玻璃管中，在-21℃下保存。用混酸（10mL 65% HNO_3+2mL　70% $HClO_4$）消解样品，消解后的残留物溶解于水中，稀释到150mL。加入5mL　10%（W/V）邻苯二甲酸氢钾溶液，用6mol/L　氨水调节pH=3.6±0.1再加入5mL　2%（W/V）吡咯烷二硫代氨基甲酸铵（APDC）水溶液。用10mL　MIBK　萃取金属螯合物，分层以后，将MIBK相转移到50mL烧杯中，蒸发至干。用5mL　65%　HNO_3硝酸湿法灰化，用1.2mol/L　HCl或0.1mol/L　NaOH溶解残渣并稀释到5.0mL。

尿样（氨基多糖)

FAAS法[90]

吸取尿样0.4mL注入试管中，加1mL（1.2 g/L）阿利新兰溶液①③，混匀放置5min，经3000r/min，离心10min，弃去上层清液。取无水乙醇2mL加入沉淀中②，摇匀，后经离心分离弃去上层清液，在沉淀物中加入HNO_3 0.2mL，进行消化，至完全消化后用水定容至4mL，摇匀，待测

注：①尿中氨基多糖含量测定是根据阿利新兰分子中有一个铜原子并能与氨基多糖发生沉淀反应生成GAG铜复合物，分离沉淀后，测定沉淀中的Cu含量，便可间接计算出尿中氨基多糖含量。

②为沉淀反应完全要求在pH=5.8下NaAC溶液中进行。

③为防止阿利新兰凝聚，1.2g/L的阿利新兰溶液用时现取。

兔尿（Al)

GFAAS法[91]

采集兔尿30mL，加入HNO_3至浓度为0.5%，置4℃冰箱备用。

使用微量移液器将尿样0.1mL移入洁净石英消化管中，再加入0.1mL　$HClO_4$，0.5mL HNO_3，置电炉上80℃徐徐加热3h至颜色转淡，升温至120℃，保持3h，待溶液澄清后升至180℃保持4h，至溶液无色，然后升至所需温度，将酸挥发除去，冷却后加入1.0mL移出，4℃冰箱备用。

2.6 组织液

组织液（Cu、Fe、Zn、Ca、Mg)

FAAS法[92]

准确移取淋巴液样品5.0mL于小烧杯中，加混合消化液（$HNO_3+HClO_4=4+1$）20mL，盖上表皿，在

电热板上消化，直至溶液清亮，再继续蒸至冒 $HClO_4$ 白烟，溶液近干。冷却后用去离子水转移到 25.0mL 容量瓶中，稀至刻度。此液用于测定 Cu、Fe、Zn。

取上述溶液 5.0mL 于 10.0mL 容量瓶中，加 1mL 10g/L La^{3+} 溶液，用水稀释至刻度，用以测定 Ca、Mg。

组织液（K、Na、Ca、Mg）

FAAS 法（Ca、Mg）、火焰发射法（K、Na）[93]

用 20μL 微量注射器从豚鼠内耳中吸取外淋巴液 12.0μL，放入洗净塑料管中，加溶液 120μL①，再加 1068μL HCl 溶液，加盖摇匀，供测定 Ca、Mg、K 用。吸取上液 100μL 于另一塑料管中，加 900μL HCl 溶液，加盖摇动混匀，供测 Na 用。（以去离子水代替样品同法制备空白溶液）。

注：①高纯 La_2O_3 溶液（10g/L）；称取 1.173g 高纯 La_2O_3，溶于 10mL HCl 中，移入 100mL 容量瓶内，用水稀解释至刻度。

组织液（Se）

荧光分光光度法[92]

准确移取淋巴液样品 1.0mL 于小烧杯中，加混合消化液（5%去 Se H_2SO_4 5mL 和 10mL $HNO_3 + HClO_4 = 2 + 1$）15mL，盖上表皿，在电热板上加热消化，直至溶液清亮，再继续蒸至冒 $HClO_4$ 白烟，溶液蒸至近干，冷却后，加入 4mL 混合液（0.06 mol/L EDTA，0.4% $NH_4OH \cdot HCl$）并转移至带 10mL 刻度的 25mL 比色管中，加一滴 0.02%甲酚红指示剂及 1.0mL 0.1% DAN 溶液，用 2mol/L HCl（或 $NH_3 \cdot H_2O$ 5mL/L）调节溶液至 pH < 2.0（使溶液由黄色转为粉红）。100℃水浴加热 5min，冷却后，加水稀至 10.0mL 刻度，准确加入 5mL 环已烷，振荡 30s，静置分层后，取环已烷层在荧光光度计上测定 Se 的含量。

体液（Si）

GFAAS 法

用没有硅污染的、清洁的注射器取 10.0mL 血样，转入一次性聚丙烯试管中，加入 15mg 乙二胺四乙酸二钾盐（K_2EDTA），离心后，用聚乙烯吸管（一次性使用）吸出，放入聚丙烯或聚苯乙烯试管中保存，所用的试管都必须是不含硅的①。测量时，血样、尿样和相应的标准都要用稀释剂（每升中有 0.2g K_2EDTA）、2.72g KH_2PO_4、20mL 1000μg/mL 的原子吸收硅参比液，0.88g NaCl，50mL 乙醇，pH 值用氨水调至 6.0～6.5）来稀释（用微量移液管和一次性管头），使稀释后的溶液中硅浓度在 100μg/L 之内，吸收信号和硅浓度呈线性关系。在所有实验中采用 0.01 mol/L KOH – 0.15mol/L NaCl 溶液作为零点值。对于一般的血样，用稀释剂作（1 + 9）的稀释，并且以 500μg/L 的硅标准液作为最高标准；对于超过 1000μg/L 的样品，作（1 + 99）的稀释，并且最高的含硅标准溶液为 1000μg/L；对于含量超过 1000μg/L 的样品，先用 0.15mol/L 的 NaCl 溶液稀释，使样品浓度在一适当范围，然后再按上述情况用稀释剂稀释，在任何情况中标样和样品都同样处理。

注：①将原子吸收光谱仪中的硅橡胶部件置换掉以降低 Si 的污染。

唾液（Cu）

平台 GFAAS 法[94]

采取自愿捐献者的唾液样品，将样品混合摇匀，在 4℃聚乙烯容器中贮存。

将上述样品取一定量用 HNO_3 消解样品和 NH_4NO_3 作为基体改进剂。灰化温度为 500℃用 LVOV 平台火焰原子吸收测定。（标准加入法）

唾液（Pb）

GFAAS 法[95]

唾液替代血液作为监测机体铅负荷的指标，更易为儿童所接受。但唾液的基体复杂，对铅的测定干扰严重。采用基体改进剂消除干扰的方法可用于唾液铅的测定。受检者彻底漱口三次。第一次用1.5%柠檬酸溶液，后两次用去离子水。擦干嘴角后，让唾液自张口的嘴角流入塑料管内，加盖后置－10℃冰箱保存，解冻后，取0.1mL于带盖1mL试管中，加入0.2mL HNO_3（1＋3）混匀于80℃水浴消化15min，取出后加基体改进剂0.2mL 1%的磷酸二氢铵，混匀。

淋巴液（Cu Zn Fe Ca Mg）

FAAS 法[96]

准备移取淋巴液样品5.00mL于小烧杯中，加混合消化液（HNO_3 + $HClO_4$ 为4＋1）20mL，盖上表面皿，在电热板上加热消化，直至溶液清亮，再继续蒸至 $HClO_4$ 冒白烟，溶液近干，冷却后，用去离子水溶解并转移到25.0mL容量瓶中，定容。用此液直接测定其中铜、铁、锌的含量，另取此液5.00mL，于10.0mL容量瓶中，加10mg/mL　La^{3+}溶液1mL，用去离子水稀至刻度，用原子吸收光谱法测定其中钙、镁的含量。

2.7 脏器

一般脏器（Cd、Cu、Zn、Pb、Mn、Ni、Fe 、Co）

DDTC－MIBK 萃取 FAA 法[97]

用DDTC－MIBK萃取法测定脏器中的Cd、Cu、Zn、Pb、Mn、Ni、Fe及Co

移取样品溶液A和B及各自的试剂空白溶液于分液漏斗中，加入10mL 25%　柠檬酸铵溶液和2～3滴0.1%溴麝香草酚兰指示剂，用氨水中和至溶液由黄色变成绿色。加蒸馏水到80mL。加入10mL饱和硫酸铵溶液和10mL 10% DDTC溶液，混匀后放置几分钟，准确加入10mL MIBK，强力振摇约5min，静置几分钟后弃去下部水层，分别移取MIBK层于具塞试管中作为样品溶液A、B在不同金属元素的波长处测定吸光值。

小鼠脏器（Al）

GFAAS 法[98]

生物组织中铝的测定突出的问题是在溶样过程中污染严重，用湿法消化时不宜使用玻璃器皿（含Al高），而用聚四氟乙烯坩埚又不能耐高温，白金坩埚成本又高等，本文选择热的四甲基氢氧化胺溶液TMAH消解老鼠组织样品，效果较好。

通过手术取出小白鼠肝、脑、心、肾、骨、睾丸和卵巢7种脏器后，分别用二次去离子水冲洗，放在培养器中，在烘箱里80℃下烘14h，取出后于干燥器中待用。

称取0.100g样品，置于聚乙烯塑料管中。加入1mL 5% TMAH（四甲基氢氧化胺）水溶液，水浴加热约1h，冷却后，移入10mL比色管中，用20%　乙醇定容，摇匀，直接用石墨炉原子吸收法分析。

小鼠脏器（La）

FAAS 法

取处小鼠的心、肝、肾、长骨，经MiNi－Q水洗去血液，反复4～5次，用滤纸吸干水分后，准确称

取样品，置于25mL石英烧杯中600℃灰化，若12h后仍有较大炭粒可加0.5～0.1mL H_2O_2[①]蒸干后再灰化至样品呈灰白色，取出加6mol/L HCl 0.5mL置于低温电热板上（100℃左右）蒸干，使LaF的氧化物转变为$LaCL_3$，再准确加入1.5mol/L HCl 0.5mL溶解残渣，定容备用。本方法也适用于其它生物样品。

注：①H_2O_2优级纯。

脏器及软组织（Mn、Fe、Cu、Zn、Mg、K、Na、P、Cd、Sr、Ca、Cr）

ICP－AES法[99]

脏器和人体软组织取自因心力衰竭、偶然事故突然死亡的人体，经真空干燥后贮存在塑料保干器内备用。称取1g干燥组织样品，用塑料或有PTFE镀层的不锈钢镊子将样品置于石英舟中，放入真空炉内于80℃再干燥。将样品转移到放置在干净通风柜中的低温干法灰化器的气室内，在150mL/min氧气流中和150W射频输出条件下灰化24～30h。用2mL HNO_3溶解灰化残留物，转移到50 mL硼硅玻璃烧杯中，盖上硼硅玻璃表面皿，放在陶瓷加热板上于150℃加热，将消解液蒸发至干。用1.0mol/L HNO_3溶解残留物，转移到25.0mL硼硅玻璃容量瓶中，稀释到刻度，使最后的溶液的酸度为0.1 mol/L。对于肝和脾样品，灰化残留物溶解在0.5 mol/L HCl中。

人体肝脏（Mo）

GFAAS[100]

称取5.000g湿肝组织样品，置于MRG－1－20型20mL聚四氟乙烯消化罐内，加入2mL HNO_3，放置片刻，再加入6mL H_2O_2，在WL－500型微波炉中消化肝组织样品5min，微波炉加热功率500W。用去离子水将消化液转移到20mL试管内定容。分别各移取2mL试液于5支10mL试管中，加入1mL 20% BaF_2基体改进剂和不同量的钙标准溶液制成标准系列，用去离子水定容。

大白鼠脏器（稀土元素）

ICP－AES法[101]

选体重500g左右的成年雌性大白鼠，投喂饲料及蒸馏水。将大白鼠随机分组，用苯巴比妥钠溶液（剂量：30mg/Kg）麻醉后，分别从尾静脉和腹腔注射一定剂量单个或混合稀土，对照组从对应部位注入等剂量的生理盐水。饲养15天后由右颈总动脉放血处死。取血液、肝、脾、肾、心、牙齿、骨骼等样品（牙取上、下门牙、骨骼取前、后腿骨），样品依次用生理食盐水、双蒸馏水冲洗5次，用滤纸吸干表面水份，称重，用HNO_3、$HClO_4$消解至冒尽白烟后，加水溶解，取少量溶液稀释后备用。

鼠肺组织（Ca）

FAAS法[102]

将一定量烘干至恒重的鼠肺组织捣碎成匀浆后，倾入50.0mL容量瓶，依次加入5mL 5%十二烷基二甲基苄基溴化铵，10mL 0.025mol/L十二烷基硫酸钠和0.5mL 20%壬基酚基聚氧乙烯醚，构成鼠肺组织的三元混合微乳液，加入1mL 10% $LaCl_3$溶液，用稀盐水定容为满刻度时，使pH为3。15 min后，振荡、摇匀，用25mL移液管移取25mL样品混合微乳液至石英坩埚作高温灰化对照。剩下的样品混合微乳液在选定工作参数下测吸光度值，标准为系列钙混合微乳液。

在石英坩埚中用作灰化用的肺组织混合微乳液先在110℃以下浓缩至干，在200～300℃电热板上恒温2h，冷却，加入1～2mL HNO_3，再加热至灰白色，取下冷却，加入HNO_3 1mL，用少许水吹洗石英坩埚壁，加热溶解残渣，移入25.0mL容量瓶，用水稀释至刻度、摇匀，澄清后测定，标准为系列钙溶液。

本文使用十二烷基硫酸钠，十二烷基二甲基苄基溴化铵和壬基酚基聚氧乙烯醚复合配置的混合微乳液

体系对鼠肺组织进行预处理，其分析结果与灰化法结果相一致。

动物脑组织（Ca）

ICP – AES 法[103]

（1）标准系列配制　分别取不同量的 Ca 标准储备液于 50.0mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，配成含 Ca 为 0.5，1.0，2.0，5.0 和 10.0μg/mL 的标准系列。

（2）样品的配制 称取若干烘干恒重的大白鼠脑组织于 50mL 高型烧杯中，加入 3mL HNO_3，2mL $HClO_4$，放置过夜后低温分解，蒸至近干，用水浸取转移并定容 10mL，待测。

（3）样品测定　按上述仪器工作条件测定标准系列、空白和样品，以△S – log C 绘制工作曲线，查出其含量。以 Ca 422.67nm 为分析线，其目视检出限（谱线黑度超过背景清晰可以辨认）为 0.1μg/mL①。

注：①用本法对 15 组大白鼠脑组织中的 Ca 进行了测定。

猪肝脏、肾脏、猪肉（As）

氢化物发生 – **AAS** 法[104]

将猪的肝脏、肾脏和肌肉装入聚乙烯袋密封低温保存。

称取上述样品，用 $HNO_3 + H_2SO_4$ 湿法消解样品，消解液（需赶尽残余 HNO_3 和氮氧化物）用 4mol/L HCl 稀释至约 40mL，加 KI – 10% 抗坏血酸溶液 2mL，混匀后静置 30min，最后用 4mol/L 稀 HCl 定容至 50.0mL 摇匀备用。

猪肝（Cd）

GFAAS 法[105]

称取 0.100g 经 80℃烘 4h 的猪肝弥样（GBW）若干份，加入 3mL　HNO_3 浸泡 4h，在电热板上加热至颗粒状物质消失后，加 0.25mL　$HClO_4$ 继续加热至冒白烟，用 HNO_3（2%）提取白色残渣，定容至 5mL，测定时，取此溶液 2.0mL，加入相应体积的氯铂酸作基本改进剂，用石墨炉原子吸收法分析。

猪肌肉、内脏（Se、Cu、Zn、Fe、Mn、Co）

FAAS 法[106]

取猪臀部肌肉、肝脏、肾脏各 0.5kg 左右，置聚乙烯袋中密封，置于 – 35℃低温冰箱中保存。

将上述样品绞碎混匀，称取 1.000g 左右，置于高压密封溶样罐中，加 3mL　HNO_3 和 1.5mL　H_2O_2，于 130 ± 5℃烘箱中消化 2.5 ~ 3h 。冷却用去离子水将消解液定容至 50.0mL（测定 Cu、Fe、Zn、Mn、FAAS 法 Co 用 GFAAS 法），用 4mol/L　HCL 溶液定容至 50.0mL（用于以氢化物原子吸收法测 Se）。

牛肝（Co、Ni、Cd）

FIA – 共沉淀预浓集 **FAAS** 法[107]

称取牛肝样品 0.200g（尿样取 10mL）于聚四氟乙烯坩埚中，加 3mL 混酸（$HNO_3 + HClO_4 = 10 + 1$）置于电热板上加热至 170℃，消解至近干，用热水洗至 15mL 塑料试管中，加 100μl　10g/L　Fe^{2+} 溶液，1 滴 1%硫代水杨酸，用饱和乙酸钠调 pH 至 3，逐滴加入 2%　抗坏血酸，至红色完全消失之后再补加 3 滴，然后定容到 10.0mL，摇匀备用。

人肝癌组织（Cd、Cr、Pb、Zn、Mg、Mn、Fe、Cu、Ni、Al、Mo、Be、Ti、Vi、As）

ICP – AES 法[108]

将医院提供的肝癌组织剪碎，在 60℃下烘至恒重，研磨成粉末。称取 0.250g 粉末样品置于聚四氟乙

烯坩埚中，加入 HNO_3 + $HClO_4$ = 4 + 1 混酸 10mL，浸泡过夜，次日继续加热消解，用 5% HCl 定容至 10mL，加入内标溶液 Co 10μg/mL[①]，平行操作两个空白。此法比起灰化法的优点是不易污染。

注：①由于生物体粘度及表面吸力与水不同，会产生物理干扰，因此采用加入内标法加以解决。

人体脏器（Ti）

FAAS 法[109]

称取 1.000g 试样于基耶达（Kjeldanl）烧瓶中，加 5mL HNO_3，1mL H_2SO_4 徐徐加热片刻。冷却后滴加 H_2O_2 分解有机物，并重复此操作直至有机物分解完全为止。加热蒸至近干，用 5mL HCl（1mol/L）溶解残渣，加入 1mL 饱和溴水[①]徐徐加热至 Br_2 的颜色消失为止。加入 5mL 辛基季胺[②]（1%）的二甲苯溶液，振荡萃取 5min，按上述仪器工作条件进行测定有机相中的 Ti[③]。

注：①加入溴水是为了将 Ti 氧化成 Ti（Ⅲ），Ti（Ⅲ）的萃取率为 100%。

②辛基季胺作萃取剂，萃取 Ti 在 99.9%以上。

③Ti 中毒者的内脏中 Ti 的含量高于正常人 30 倍。

人体（U、Th、Cs）

ICP－MS[110]

取冷冻保存死者尸体，待解冻后，用去离子水冲洗表面血水，用钛刀和钛镊子剔除表面脂肪，结缔组织，盘膜等无关组织，切成小块，用滤纸吸水，晾于后称湿重。

骨样在马弗炉内逐渐升温灰化（用石英坩埚），最高温度不超过 550℃，灰化总时间在 18h 以上，制成骨样。

软组织试样在 80℃恒温鼓风干燥箱中烘烤 48h，然后取出冷却，再在玻璃研钵中研磨，制成烘干样，部份样品在冰炼干燥机的冷冻干燥仓内冷冻 72h（~40℃）制成冰干样。样品恒重后，分别称得干样或灰样重量，从而分别得出各样品的湿重或干重的值。干样和灰样皆置于有称取标记的洁净聚乙烯塑料袋中分别封存，并置于燥器内。

称取干样 0.300~0.500g，置于 50mL 高型玻璃杯中，加 10mL 混酸（HNO_3 + $HClO_4$ = 10 + 1），消解应过夜，然后在有温控的电热板上加热消化至冒白烟，至杯底有白色固体出现并呈湿状为终点，稍冷后加少量高纯水赶去余酸，再用 0.16mol/L HNO_3 溶解，转移定容至 5.0mL 摇匀，每个样品取平行样 2 个，同时做空白试验，待测。

胆管结石（Ca、Na）

FAAS 法[111]

把手术取出的胆结石，用盐水洗净，再用蒸馏水浸泡数小时，取出烘干，用玛瑙研钵研成细末状，过筛。称取 2.000g 于三角瓶里，加入混合消解液（HNO_3 + $HClO_4$ = 5 + 1）20mL 放置过夜，移入控温式电热板上加热消解至 1mL 左右，取下冷却至室温，过滤、定容、待测定。同时做空白试剂。

胆结石（Cd、Pd）

FAAS 法[112]

称胆结石 0.5000g 于石英坩埚中，加 HNO_3 5mL 于电热板上加热消化，随后滴加 H_2O_2（30%），蒸干。加入 $HClO_4$ 2mL，加盖，先低温，渐升温，使黑色褪去，加热至白烟冒尽，溶液无色。加 HCl（1 + 1）5mL 和少量水溶解残渣，移入 25mL 比色管中，用水稀释至刻度，摇匀。取试液 10mL 于 25mL 比色管中，加入酒石酸钾钠 1mL，摇匀，六次甲基四胺 5mL，溴酚红指示剂 2 滴，摇匀，用稀 HCl 或稀 $NH_3 \cdot H_2O$

调至溶液呈紫色（pH = 6 ~ 7），加入 1%　二乙基二硫代甲酸盐（DDTC）1mL，摇匀，准确加入 1%　的 1 - 苯基 - 3 - 甲基 - 4 - 苯甲巯基 - 5 - 吡唑啉酮（PMBP）和 MIBK（1 + 1）混合液 5mL，振荡 3min，分层后测定有机相中的 Fe，Mn，Cu，Pb，Cd，Zn。

胆结石（Cu）

FAAS 法[113]

先将胆结石粉碎，用玛瑙研钵研磨，过 200 目筛。称取 0.500g 样品，置于瓷坩埚中，放入马弗炉，于 200℃时保温 40min，逐渐升温至 600℃保温 4h①，冷却后用 6mol/L　HCl　2mL 浸取，用去离子水转移并定容至 50.0mL 容量瓶中，摇匀待测②。

注：①采用干法灰化处理样品，有机物均已分解，不存在干扰。

②为了保持与样品的基体一致，混合标准溶液系列中需加入 1mL　100g/L　NaCl 溶液和 1mL　10g/L　KCl 溶液。

胆结石粉（Cu、Ca、Zn、Mg、Fe、Mn、Al、P、Na）

ICP - AES 法[114]

将手术取出的胆结石，进行常温真空干燥，然后研磨成粉末备用。

将烘干的胆结石粉称取一定量，加入三羧基胺基甲烷缓冲液（pH = 8.9），再加 0.1mol/L 的 EDTA 溶液进行浸泡，并离心。上清液为水溶物，另装瓶。对下层沉渣进行真空干燥。然后用三氯甲烷及甲醇（2 + 1）反复浸泡，离心。

胆结石（Mn、Zn）

FAAS 法[115]

称取磨细混匀胆结石 0.200g 于 50mL 烧杯中，加 15mL　HNO_3，2mL　$HClO_4$，加盖表皿，轻轻摇匀，在电热板上低温加热 30min，然后加热至微沸，直到消化样品至样液无色透明①。继续加热使 $HClO_4$ 分解冒白烟，蒸发样品至残渣微湿润。取下冷却，用少量的 $HNO_3$②溶解残渣，并定容至 10.0mL，同时做空白试验。

注：①消化过程中如果样品溶液有碳化现象，应补加 HNO_3。

②HNO_3 的浓度为（1 + 49）。

胆结石（Mn、Cu、Zn、Fe、Mg、Al、Ca、Ma、P）

ICP - AES 法

上层液为脂溶物。过滤出残渣，溶剂样蒸发后干燥，即制成胆结石粉难溶部分。

将原胆石粉及制备的难溶部分，准确称取 0.100g 置于小玻璃烧杯中，加逆王水（HNO_3 + HCl = 3 + 1）6mL，微热，待反应停止，滴加 1mL H_2SO_4，加热使有机物成为碳化。再滴加 HNO_3硝化，反复进行，至碳化物全部破坏，溶液澄清，取下冷却。移入 20.0mL 容量瓶中，稀至刻度。同时制备 1/10 稀释液，待测。

2.8 牙齿及骨骼

牙齿（Cd、Pb、Zn、Ca）

AAS（Pb、Zn、Cd）、EDTA 滴定法[116]

取 14 mol/L　HNO_3 溶液加入到样品中，放置一昼夜后微热溶解。把溶液中的 HNO_3 用水稀释成

0.1mol/L后通过阳离子交换树脂柱（Dowex 50X－X8，H^+型，ø1cm＋H10cm）分离出 H_3PO_4。用 2mol/L HCl 溶液洗脱吸附在阴离子交换树脂柱中的微量金属和钙。把盐酸洗脱液再通过阴离子交换树脂柱（Dowex 1 X8，Cl 型，ø1cm＋H10cm）分离出钙。用 1mol/L HNO_3 溶液洗脱吸附在阴离子交换树脂上的微量金属的氯络合物，用原子吸收测定 Pb、Zn、Cd、Fe，用 EDTA 滴定法测定钙①，用 6mol/L NaOH 钠溶液溶解磷钼酸铵，用 1mol/L HCl 溶液反滴定法测定 H_3PO_4。

注：①由于牙齿组成成分主要为磷灰石，对测定 Pb 等元素有影响，所以必须进行分离。用阳离子交换柱分离出 H_3PO_4，再用阴离子树脂分离出 Ca。

牙齿（Mg、Zn）

FAAS 法[117]

用小刀刮掉牙齿表面垢物，用自来水冲洗干净，再用去离子水洗三遍，烘干。

称烘干后的牙齿样品置于石英坩埚中，放进马弗炉内 550℃下灼烧 4h，待炉温降至 100℃以下时，取出坩埚，冷却后在玛瑙研钵中研成粉末，称量。

称取 0.100g 粉末试样，加 10mL HNO_3，在电炉中缓慢加热溶解，并将酸液蒸发到 5mL 左右，定量转移到 50.0mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，此溶液为测 Zn 用。

取上述溶液 3mL 放入预先盛有 5mL La 溶液①的 10.0mL 容量瓶中，用水稀释到刻度。

注：①La 溶液浓度为 2.5%的氯化镧（分析纯）。

牙齿、骨（Ba、Co、Mg、Mn、Ni、Pb、Sr、Zn、Fe、Cu、Ca）

ICP－AES 法[118]

从尸体解剖来的牙、骨，用手术刀片剔除表面残肉、污垢、骨膜，于 H_2O_2（30%）中浸泡 5min，在 H_2O_2（30%）中再浸泡 2.5h（骨样需要用纱布包好，铁锤击碎，用水冲去骨髓，并在丙酮中浸泡过夜除脂后，再用 H_2O_2 处理），最后用二次水冲洗 3～5 次。

冲洗干净的牙、骨于 680℃灼烧 3h，冷却后，称取约 0.100g 样品用 HNO_3、$HClO_4$ 消化至白烟冒尽，加数滴 HNO_3 稍加热（不可蒸干）后，定容至 100mL，用此溶液测定 Ba、Co、Cr、Mn、Ni、Pb、Sr、Fe 和 Cu，剩余样品再稀释 10 倍测定 Ca、Mg 及 Zn。

骨（Sr）

FAAS 法[119]

称取 1.000g 骨样于 50mL 石英坩埚中①，在 500℃灰化约 8h，取出冷却至室温，加 1mL HNO_3，在电热板上蒸干后再次灰化直至完全。灰分溶于 5mL 1mol/L 中，摇匀，待测②。

注：①此样品系实验小鼠胫骨，样品应仔细剔除骨上肌肉，筋腱等后，置二次蒸馏水中煮约 30min，100℃烘干称样。

②因骨骼样品成分复杂，故应用标准加入法测定。

骨骼（V、Cr、Cu、Mn、Ni、Zn）

GFAAS 法[120]

称取约 0.100g 样品在 80℃干燥 24h，在干燥器内冷却 2h 后准确称重。将样品放入 25mL 聚四氟乙烯容器内，加入 1mL HNO_3。在微波炉中以 50%的磁控管功率辐照消解样品。冷却到室温后，打开容器，用水将样品稀释到 10mL，再在微波炉中在上述同样条件下处理 3min，所得到的样品溶液供以后测定各痕量元素之用。

人骨（^{232}Th、^{230}Th及^{228}Th）

α－谱仪法[121]

将外科手术后取下的新鲜骨样，主要是肋骨，还有少量颅骨、髌骨等，用水冲洗掉软组织及血迹，吸干表面水分后于110℃烘干。样品干燥、称重后，用HNO_3及30% H_2O_2溶液进行湿灰化，加草酸共沉淀载带钍。沉淀过滤并于550℃灰化9h，用20mL　5mol/L　HNO_3溶解沉淀并通过Cl－5208萃淋树脂柱，用50mL 4mol/L　HCl解吸钍后，通过743阳离子交换树脂再次分离、纯化，再用20mL　15%　氯化铵将柱转型，用11mL　5%　草酸铵解吸钍。将解吸液直接收集于电沉积槽中，并调节pH　至2.5电沉积制源。电沉积源在β测量仪上测量，计算化学回收率，然后在α谱仪上测量，计算钍同位素的含量。

骨化石（Th，U）

离子交换α谱仪－ICP－AES法[122]

将骨化石用重蒸水清洗、干燥、研磨成粉，称3.600g样品，加热至1000℃变成灰。用王水和HCl多次处理、蒸干。残渣溶于1mol/L　HCl，过滤，得样品溶液。不加示踪的样品溶液和加入作为示踪物的100μg铀和10μg钍的样品分别用离子交换进行分离后测定。用20g AG 50W－X8制成阳离子交换柱，先用甲醇和1mol/L HCl预处理。将样品溶液通过AG50W－X8交换柱，铀和钍吸附在柱上。用800mL　1mol/L HCl溶液清洗柱子，以除去所有的钙离子。收集最初流出的200mL洗脱液，其中包含样品中的全部铀，蒸发到5mL，此为含铀样品部分。再用500mL　2mol/L　H_2SO_4清洗，得到含钍样品部分。将5.0mL含铀样品部分（含6mol/L HCl），用四氢呋喃－甲基乙二醇（5＋4　V/V），混合溶液稀释到50.0mL，通过8g AG1－X8阴离子交换柱，铀被吸附在柱上，而钙、铁、磷酸根随溶液流出柱子。用6mol/L HCl清洗柱子，除去杂质，再用1mol/L　HCl将铀解吸。含铀溶液可用第二根阴离子交换柱进一步纯化。将含钍样品部分（硫酸溶液）蒸发近干，用10mL　$HClO_4$处理两次，蒸发近干，残渣溶于50mL 7mol/L　HNO_3溶液，通过另一根2g AG1－X8阴离子交换柱，钍被吸附在柱上，用7mol/L　HNO_3溶液可将残留的微量钙洗去。再用50mL　6mol/L　HCl溶液将钍解吸。含钍溶液可用第二根阴离子交换柱进一步纯化。分离后所得铀和钍溶液分别用α谱仪或ICP－AES进行测定。

骨、血和尿（V、Cu、Fe、Zn）

GFAAS[123]

将骨样置于含有70%（V/V）乙醇的带盖聚丙烯试管中于－20℃保存。骨样在40℃　脱水24h。称取100mg骨样置于23mL高压溶样罐的盛样容器内，加入1mL HNO_3和3mL去离子水，在150℃消解4h。消解液定量转移到50.0mL聚丙烯容量瓶中，用去离子水稀释到刻度。

称取4mL全血样品置于含有100μL　1000IU/mL肝素钠的带盖聚丙烯试管中，另取4mL血样，加入肝素；以1000r/min速度离心分离10min，分离血浆和血红细胞；再取4mL血样，放置凝血以得到血清，置于带盖聚丙烯试管中，于4℃保存。测定前，全血、血浆、血清和血红细胞用0.1%（V/V）TritonX－100稀释。

尿样用0.1%（V/V）TritonX－100＋0.01mol/L　HNO_3稀释；骨样用0.01mol/L　HNO_3稀释消解液。测定钒时，移取10μL稀释后的消解液注入里沃夫平台上，再注入10μL　0.1mg/L　Pd＋2%（M/V）柠檬酸的0.01mol/L　HNO_3＋0.1%（V/V）TritonX－100溶液作基体改进剂。

动物骨骼（Se）

GFAAS法[124]

称取猪骨0.500g置于高压消化罐中，用1mL　HNO_3和3mL 30%　H_2O_2消化，在120℃下消化半小时

(平行消化两份空白)，冷却后定容到 10.0mL 待测。测定时取 5μL 样液进样，取混合基体改进剂 20μL 直接加到平台上与样液混合，用回归计算直接法测得猪骨含硒量。

猪骨、猪牙（稀土元素）

ICP – AES 法[125]

采集广东清远市珠坑镇当地饲养猪的骨和牙，广州市售猪（湖南饲养）的骨和牙（同一头猪），将猪骨、猪牙去肉、血洗净后，打碎，用丙酮浸泡过夜脱脂，用 30% H_2O_2 浸泡 30min，冲洗，80℃烘干，在马弗炉中 700℃灰化 7h，备用。

称取 10.00g 猪骨灰，溶于 60ml（1 + 1）HCl 中，稀释到 650ml，剧烈搅拌下滴入（1 + 1）氨水，调节 pH = 2.5，加水到 700mL，备用。

称取 2.000 ~ 3.000g 猪牙灰，加入 5ml HNO_3 消化除去微量碳粒，得到白色固体，蒸去多余的 HNO_3，用 10ml（1 + 1）HCl 溶解，稀释到 200ml，用（1 + 1）氨水调节 pH = 2.5 加水到 300ml，备用。

富集分离：于 14 × 100mm 色谱柱，装入经水浸润的 P507 萃淋树脂①，床高 50 – 60mm，用 4mol/L HCl 淋洗至不含 Fe^{3+}（用 KSCN 检验），流速 1.8ml/min，随即用水洗去 HCl 流入 pH = 2.5 的 HAc – NaAc 缓冲液，平衡树脂床的 pH 值。进入样品液，以 2.5mL/min 过柱，继用 50ml 杂质淋洗液洗柱②，用 15mL 洗脱液，加入 100μgCa^{2+}，蒸发浓缩，用 10 滴 HNO_3、1 滴 $HClO_4$ 消化除去有机物，用 5% HNO_3 定容至 5.0ml，用 ICP – AES 法测定。

注：① P507 萃淋树脂：含 P507 为 5.0%，120 ~ 200 目（核工业北京第五研究所）；

② 杂质淋洗液：含 5% NH_4Cl，20% 磺基水杨酸，1% 抗坏血酸，用（1 + 1）$NH_3 \cdot H_2O$ 调到 pH = 2.5。

指甲（Pb）

粉末 – AES 法[126]

称取指甲 0.500g，加入 10mL HNO_3，2mL $HClO_4$ 消化，再用 HCl（1 + 1）2.5mL 溶解，用水 10mL 定容①。

注：①本方法还可用于测定指甲、头发、全血及尿中的 22 个微量元素。

指甲（Zn、Cu、Fe、Mn）

AAS 法

将指甲样品先用微沸水煮数次，并刮除少部份已熔胀了的角质化蛋白质，再用 1% 十二烷基磺酸钠溶液浸泡，搅拌 30min，反复用去离子水洗涤至溶液清亮，指甲呈现洁白状态时，置于表面皿上于 80℃下烘干，称取经烘干的指甲约 0.400g，置于聚四氟乙烯高压溶样罐中。加入 1mL $HClO_4$，5mL HNO_3，立即旋紧不锈钢盖。在 80℃烤箱内先预热 1h，再升温至 120℃，恒温 2h。样品即可完全溶解，冷却后置于沸水浴上蒸发浓缩至体积少于 5mL，再冷却，用 1% HNO_3 定容至 5.0mL，待测。

趾甲（Cd）

FAAS 法[127]

趾甲样品先用微沸水煮数次，除去趾甲内侧角质化蛋白，再用 1% 十二烷基磺酸钠溶液浸泡和搅拌 30min，煮沸，用水反复洗涤至趾甲样品呈洁白状态，80℃烤箱内烘干。准确称取上述样品（约 0.4g 左右）置于聚四氟乙烯压力溶样器内，加 1mL $HClO_4$，5mL HNO_3，旋紧盖。在 80℃烤箱内预热 1h，再升温至 120℃，恒温 2h，趾甲即完全溶解，冷却，于沸水浴中蒸发浓缩至体积少于 5.0mL，冷却后用 1%

HNO_3 稀释，定容为 5.0mL。用 AAS 测 Cd。

鲍鱼壳（Ti）

分光光度法[128]

取市售鲍鱼，用清水洗净，放入沸水中煮 15min 后捞出，并将肉壳分离，取壳置于蒸发器皿中在 95℃下烘干 6h，干燥，破碎。

准取称取约 1g（±0.1mg）的鲍鱼壳，置于消化罐中，加入 10mL　HNO_3 和 0.5 mL　$HClO_4$，盖好内盖，并旋紧消解罐化盖，置于微波炉中，控制压力为 10 个大气压，加热 3min，消解完全，冷却，移入 50.0mL 容量瓶中，用水定容，摇匀，备用。

准确移取样品溶液 2.0mL，于 25 mL 比色管中①，加入 2.00 mL 铬天青 B 溶液，1.00 mL　NH_3-NH_4Cl 标准缓冲溶液（pH = 10.20），2.00 mL 高碘酸钠溶液，用水稀至刻度，摇匀，放入 100℃沸水浴中加热 21min，迅速取出比色管，用流水冷却 5min，用 1cm 比色皿，以亚沸水为参比，于波长 428nm 处测定试液吸光度和试剂空白吸光度。

注：①试验方法中一支管中加入适量 Ti（Ⅳ），其余加入试剂与样品相同，操作也相同。

2.9　其它

母乳（Ca）

FAAS 法[129]

按要求采集母亲的晨乳 3mL 于预先处理干净的塑料离心管中，盖严封好，置于 4℃冰箱中贮存。称 2.000g 左右母乳于石英试管中，加入 2mL　HNO_3 和 0.5 mL　H_2O_2，在 90℃水浴中温浴至样品全部溶解无泡，再放在 120℃恒湿沙浴中消化至溶液清亮，取出，稀释至 10mL，待测，此溶液可同时做空白试验测定 Zn、Mg。

人乳（Cr、Cu、Fe、Mn、Se）

GFAAS 法

样品在 -30℃保存备用，若在 5 天内分析，亦可在 5℃ 保存。取 0.1mL 的人乳和 0.9mL 水混匀，将 20℃混匀后的样品注入石墨中①。

注：①用 Zeeman GFAAS 法测定。

人乳（Zn、P、Bi、Sn、Fe、B 等 14 种微量元素）

ICP-AES 法[130]

取人乳 10.00g 于 150ml 三角瓶内，加 20ml HNO_3，于电热板上徐徐加热至浓烟冒尽后，滴加 H_2O_2 至溶液无色或微淡黄色，用滤纸过滤，定容至 10.0ml，待测。

水晶体（Al、Ca、K、Mg）

一滴法 **FAAS** 法[131]

把内径 10mm、高 5mm 的耐热玻璃样品瓶预先用 HNO_3 煮沸、洗净，干燥后称空瓶重。将水晶体摘出后（详细记录水晶体的颜色和形状），用纯水充分洗涤，洗净的水晶体浸渍在几滴纯水内（注意不要干燥），在放入样品瓶前用纱布吸除样品的水分。放入样品瓶后称重（因水晶体易干燥，要迅速称重），记录水晶体的重量，然后滴加几滴 1 mol/L　HNO_3 溶液，密闭、冷藏保存。

往放有水晶体约 0.200g 的样品瓶中加入 1mL 经重蒸馏的 14 mol/L HNO_3溶液，放置过夜，然后把预先洗净的一粒直径 12mm 的耐热玻璃珠放在样品口上，在电热板上徐徐加热充分分解样品。约 2h 后取下玻璃珠，将样品溶液浓缩蒸至近干。冷却后加入 1mL 7 mol/L $HNO_3 + H_2O_2$（30%）溶液（7 + 3）加热浓缩至近干。再加入 1mL HNO_3（1 mol/L）溶液作为样品原液，摇匀用一滴法原子吸收测定。

蜂蛹（Pb）

FI 萃取 – FAAS 法[132]

分别称取 2.500g 蜂蛹于烧杯中，加入 3mL $HClO_4$，10mL HNO_3，放置过夜，然后于电热板上加热消化至呈湿盐状，再加 10mL HNO_3 分解消化，直至有机油脂完全消失为止，再加热至湿盐状，冷却后，加少量水溶解盐类，移入 25mL 比色管中，再加入 2mL（1 + 1）HCl 稀释至约 15mL 后，加入 5mL KI①，稀释至刻度，摇匀，按流动注射在线液一液萃取②火焰原子吸收法测定 Pb。

注：①KI 溶液浓度为 20%。

②在酸性介质中 Pb 与 I 形成铬离子后可被 MIBK 萃取，萃取 Pb 的检出限为 2.8μg/mL。

肿瘤（Zn）

分光光度法[133]

肿瘤样品经福尔马林液浸泡后取出洗净切片，准确称取一定量样品置于 40mL 瓷坩埚炉中于 500℃灰化 3h，从马弗炉中取出冷却后，加 5mL 去离子水润湿灰分，在水浴上蒸干后，再在马弗炉中于 500℃灰化 2h。从马弗炉中取出冷却后，缓慢加入 10mL 6mol/L HCl 溶解灰分，转移到 50.0mL 容量瓶中，瓷坩埚用 3mL 6mol/L HCl 洗涤两次，洗涤液一并转入容量瓶中，定容。移取 1mL 试液，加入 5mL 40% 柠檬酸铵，2mL 20% 盐酸羟胺，用氨水调节 pH = 9.6，以 5 ~ 10mL 1μg/mL 双硫腙 – 氯仿溶液萃取 3 次。再用 10mL 0.5mol/L HNO_3 反萃 2 次，将 HNO_3 反萃取液浓缩，转入 25.0mL 容量瓶中定容。

移取 0.5mL 试液于 25.0mL 容量瓶中，加入 3.0 mL pH = 9.6 氨性缓冲溶液，0.5mL 0.1% 邻二氮菲，0.5mL 0.1%溴甲酚绿的 20% 乙醇溶液，1.5mL 2%聚乙烯醇溶液，用去离子水定容，摇匀。在分光光度计上用 1cm 吸收池，以试剂空白为参比，在波长 621nm 处测定显色溶液的吸光度。

白内障、血液（Se）

GFAAS 法[134]

从乙醇中取出白内障，于红外灯下烘干。在玛瑙研钵内研成粉末。称取一定量粉末。用定量滤纸包好，悬在铂丝上，在燃烧瓶内点燃后，燃烧产物用 50mL 0.05mol/L HCl 溶液吸收，转移到 100mL 烧杯中，于沙浴上蒸发至约 4mL，定容到 10.0mL 加入 200μg/mL $Ni(NO_3)_2$ 和 40μg/mL K_2PtCl_6 用石墨炉原子吸收分光光度计上进行测定①。

血清用 0.1% TritonX – 100 按体积比（1 + 1）混合，分别加入 200μg/mL $Ni(NO_3)_2$ 和 40μg/mL K_2PtCl_6 用石墨炉原子吸收仪器进行测定。

为了考查血液组分可能产生的干扰，用血清样加入 200μg/mL $Ni(NO_3)_2$ 和 40μg/mL K_2PtCl_6，绘制 Se 的标准加入法的工作曲线，求此曲线斜率与 Se 的标准曲线斜率的比值。结果是斜率的比值等于 1.02，表明血液组分不影响 Se 的测定。

注：①利用 $Ni(NO_3)_2$ 和 K_2PtCl_6 为混合基体改进剂，直接测定血液和白内障中痕量硒。

水体（微量蛋白质）

富集 – 分光光度法[135]

在 100mL 烧杯中，依次加入柠檬酸 8mL，NaOH 溶液 0.5mL，BPR 溶液 1.2mL 以及适量样品溶液，加

水至 50mL，摇匀。溶液静置 20min 后，通过硝化纤维滤膜，将膜及富集物溶于事先已加入 1 滴 3mol/L H_2SO_4的 5mL 二甲亚砜中，以试剂全白为参比，在 10mm 比色皿中于 425nm 波长下测量吸光度①。

注：①标准用牛血清蛋白（BSA）配制：称取 0.025g　BSA 试剂溶于 250 mL 二次去离子水中，含量为 100mg/L。置于 1～4℃冰箱中保存。溴联苯三酚红（BPR）0.003mol/L：称取 0.5762g　BPR 试剂溶于 20mL 95% 乙醇，加水稀释至 500mL；柠檬酸溶液：0.2mol/L；NaOH 溶液：1mol/L；H_2SO_4 溶液 3mol/L；二甲亚砜。其它试剂均为分析纯，所用水均为去离子水。

痢疾菌液（Hg）

冷 FAAS 法[136]

取痢疾菌样品 5.0mL，置 20mL 试管中，加消解液（$HNO_3 + H_2O_2 = 5 + 1$）6mL，在沸水浴中振摇，消解，待样品溶液澄清时，放冷，加水至刻度，摇匀待测。用原子吸收分光光度计，带氢化物发生器，用汞元素空心阴极灯。

参考文献

[1] 中国光学学会光谱专业委员会. 分析样品的预处理. 北京：北京大学出版社，1985：541～556

[2] 三岛昌夫（日）著，艾有年，张风岗，邢大荣等 译. 环境样品中痕量金属的测定－试样预处理. 北京：北京大学出版社，1986：638

[3] 三岛昌夫（日）著，艾有年，张风岗，邢大荣等 译. 环境样品中痕量金属的测定－试样预处理. 北京：北京大学出版社，1986：84

[4] 于建国. 现代实用仪器分析方法，北京：中国林业出版社，1994：65

[5] 李玉珍，邓宏筠. 原子吸收分析应用手册. 北京：科学技术出版社，1990：259

[6] 李梅，蔡宁，曹亚萍. 塞曼火焰原子吸收光谱应用手册. 北京：地质出版社，1996：223

[7] 曹晖，牛映斗. 微量元素研究进展（第一辑）. 北京：化学工业出版社，1995：108～109

[8] 崔成德，杨云. 分析实验室，1994，13（4）：90

[9] 陈有祎，裴世桥. 微量元素研究进展（第一辑）. 北京：化学工业出版社，1995：140

[10] 刘文龙，陆小龙. 光谱学与光谱分析，1992，12（5）：83

[11] 刘文龙，陆小龙，光谱学与光谱分析 1992，12（5）：67～70

[12] 王夔 主编. 生命科学中的微量元素分析与数据手册. 北京：中国计量出版社，1998：293

[13] 陈燕红，刘建平. 微量元素研究进展（第一辑）. 北京：化学工业出版社，1995：49

[14] 张继梁. 光谱学与光谱分析，1992，12（1）：108

[15] 李梅，蔡宁，曹亚萍. 塞曼火焰原子吸收光谱应用手册. 北京：地质出版社，1996：73

[16] 苏耀东，陈俊. 光谱学与光谱分析，1992，12（3）：101

[17] 陈国平，汪日新. 微量元素研究进展（第一辑）. 北京：化学工业出版社，1995：46

[18] 张树榆，张敏，林淑钦等. 环境化学，1995，14：169

[19] 姜良仪，梁雪明. 微量元素研究进展（第一辑）. 北京：化学工业出版社，1995：79

[20] 李玉珍，邓宏筠. 原子吸收分析应用手册. 北京：科学技术出版社，1990：252～254

[21] 栗文元，石崇义，徐民. 光谱学与光谱分析，1991，11（2）：52

[22] 王加林，李祖碧，杜超. 微量元素研究进展（第二辑）. 北京：万国学术出版社，1997：125

[23] 张晓光，张晓丽，王彬. 世界元素医学，1997，4（3）：15

[24] 徐红娟，孙书琴，王峰清. 微量元素研究进展（第一辑）. 北京：化学工业出版社，1995：59

[25] 严勇，李 元，蒋锦航. 微量元素研究进展（第四辑）. 上海：第二军医大学出版社，2001：15～17

[26] 李新友. 微量元素研究进展（第二辑）. 北京：万国学术出版社，1997：97
[27] 王光志，李克君，赵绍森. 分析实验室，1994，13（4）：91
[28] 朱敏. 分析化学，1993，21（2）：246
[29] 高振宗，李玉珍. 分析实验室，1995，14（3）：77
[30] 罗登禹，罗劲，段淑琴. 微量元素研究进展（第一辑）. 北京：化学工业出版社，1995：7
[31] 司卫东，董芳，杨景广. 光谱仪器与分析，2001，(2)：62～64
[32] 宋纪蓉，王丽琴. 理化检验（化学分册），1996，(32)：33
[33] 李民. 微量元素研究进展（第二辑）. 北京：万国学术出版社，1997：102
[34] 廖祝华，朱维海. 微量元素研究进展（第二辑）. 北京：万国学术出版社，1997：90
[36] 邓银根，沈惠君，翁敏慧. 光谱学与光谱分析，1995，15（2）：95～98
[37] 和丽忠，张小林，李东. 光谱学与光谱分析，1992，12（1）：83
[38] 刘虎生，王耐芬，王小燕. 分析实验室，1995，15（5）：69
[39] 孙美君. 微量元素研究进展（第一辑）. 北京：化学工业出版社，1995：97
[40] 三岛昌夫（日）著，艾有年，张风岗，邢大荣等 译. 环境样品中痕量金属的测定－试样预处理. 北京：北京大学出版社，1986：68
[41] 三岛昌夫（日）著，艾有年，张风岗，邢大荣等 译. 环境样品中痕量金属的测定－试样预处理. 北京：北京大学出版社，1986：552
[42] 孟兰香. 微量元素研究进展（第一辑）. 北京：化学工业出版社，1995：23
[43] 洪素珍，孙昕. 微量元素研究进展（第一辑）. 北京：化学工业出版社，1995：92
[44] 张文琴，郭小伟，李春盛，痕量分析，1985，(2)：55
[45] 三岛昌夫（日）著，艾有年，张风岗，邢大荣等 译. 环境样品中痕量金属的测定－试样预处理. 北京：北京大学出版社，1986：60
[46] 沙周，刘平生，章润华. 核技术，1986，9（3）：35
[47] 林文业，何聿忠，罗建慧. 光谱学与光谱分析，1994，14（3）：93
[48] 陈元清，黎昉. 全国第三届仪器分析及药物研讨会论文集，1999：24
[49] 于建国. 现代实用仪器分析方法. 北京：中国林业出版社，1994：60
[50] 徐振兴，巩淑清. 光谱学与光谱分析，1995，15（2）：81～84
[51] 李梅，蔡宁，曹亚萍. 塞曼火焰原子吸收光谱应用手册. 北京：地质出版社，1996：76
[52] 曹晔，杨国芬等. 现代仪器，1997，3（6）：22
[53] 曹晔，刘彦年，徐斌. 现代仪器，1998，4（1）：16
[54] 程听大，孙昕，张胜义. 光谱学与光谱分析，1998，18（6）：715
[55] 张艳秋，王多佳，崔景朝. 光谱学与光谱分析，1992，12（6）：71～75
[56] 程薇莉，林云卿. 光谱学与光谱分析，1995，15（6）：79～80
[57] 朱志国，贾玉玺. 光谱学与光谱分析，1996，16（1）：125～127
[58] 司黎，闫季清，何春华. 中国卫生检验杂志，2000，10（5）：545～546
[59] 时彦，陈嘉华，迟锡增. 分析实验室，1993，12（6）：58
[60] 刘晚霞，毕瑰蓉. 光谱学与光谱分析，1995，15（1）：83～86
[61] 仇佩虹，张华杰，吴丽慧. 理化检验（化学分册），2001，37（5）：209～210
[62] 李淑珍，郑斯运，刘桂宾. 光谱学与光谱分析，1992，12（1）：103
[63] 吕莉娟. 微量元素研究进展（第四辑）. 上海：第二军医大学出版社，2001：25～27
[64] 孙昕，洪素珍. 光谱学与光谱分析，1995，15（1）：79～82

[65] 王学敏，许振山. 世界元素医学，1997，4（3）：20
[66] 淑娟，郝爱国，张莹. 光谱试验室，1995，12（1）：50
[67] 张小林，段玉云，和丽忠. 光谱学与光谱分析，1992，12（2）：99～104
[68] 董冬，时彦，迟锡增. 分析实验室，1996，15（6）：45
[69] 张涵，张霖霖，邹文琳. 光谱学与光谱分析，1993，13（4）：81
[70] 蔡起秀，沈茂星，薛专发. 光谱学与光谱分析，1992，12（3）：105
[71] 陈抗亭，曹淑琴，曾宪津. 光谱学与光谱分析，2000，20（3）：339～342
[72] 杨根元，徐德选，何亚楠. 光谱学与光谱分析，1991，11（5）：65
[73] 李梅，蔡宁，曹亚萍. 塞曼火焰原子吸收光谱应用手册. 北京：地质出版社，1996：255
[74] 杨根元，徐德选，何亚楠. 分析实验室，1993，12（2）：37
[75] 包广宁，杨春生，杜民. 世界元素医学，1997，4（3）：
[76] 阎正，孙汉文，张建申. 光谱学与光谱分析，1994，14（5）：63
[77] 尚素芬，王洪. 光谱学与光谱分析，1997，17（4）：82
[78] 姚德佳. 微量元素研究进展（第一辑）. 北京：化学工业出版社，1995：19
[79] 三岛昌夫（日）著，艾有年，张风岗，邢大荣等 译. 环境样品中痕量金属的测定－试样预处理. 北京：北京大学出版社，1986：83～84
[80] 刘建平. 微量元素研究进展（第二辑）. 北京：万国学术出版社，1997：111
[81] 徐斌，邹欣平，吴一微. 分析化学，1995，(23)：579
[82] Hanna C P，Tyson J F. Anal . Chem，1993，65：653.
[83] 汪明礼，陈国平. 光谱学与光谱分析，1992，12（1）：123
[84] 中国无机分析化学文摘. 1997，14（1）：74
[85] 陈淑怡，朱爱军，陈钰. 光谱学与光谱分析，1992，12（4）：63
[86] 雷俊辉，钱德济，赵佩霞. 微量元素研究进展（第二辑）. 北京：万国学术出版社，1997：108
[87] Decambox P，Mauchien P，Moulin C. Applied Spectorscopy，1991，45：116
[88] 张世德、夏仕文，钱明亮. 第三军医大学学报，1993，15（3）：259
[89] 王夔 主编. 生命科学中的微量元素分析与数据手册. 北京：中国计量出版社，1998：91
[90] 李梅，蔡宁，曹亚萍. 塞曼火焰原子吸收光谱应用手册. 北京：地质出版社，1996：170
[91] 巩国明，崔晞，刘萍. 微量元素研究进展（第二辑）. 北京：万国学术出版社，1997：117
[92] 陈建菜，吴一梅. 微量元素研究进展（第二辑）. 北京：万国学术出版社，1997：120
[93] 林春竹，谢镇远，孙泳梅. 微量元素研究进展（第二辑）. 北京：万国学术出版社，1997：73
[94] 李梅，彭润中，杨啸涛 等. 原子吸收分析中的基体改进技术 . 北京：北京大学出版社，：73
[95] 石磊，刘世海，王桂珍. 光谱实验室，1996，13（2）：43
[96] 陈建莱，吴小华，黄朝表. 光谱学与光谱分析，2000，20（3）：371～372
[97] 三岛昌夫（日）著，艾有年，张风岗，邢大荣等 译. 环境样品中痕量金属的测定－试样预处理. 北京：北京大学出版社，1986：77
[98] 江焱，邸平. 光谱学与光谱分析，1992，12（1）：111
[99] 王夔 主编. 生命科学中的微量元素分析与数据手册. 北京：中国计量出版社，1998：104
[100] 曾得国. 理化检验（化学分册），1993，29（1）：23
[101] 程发良. 光谱学与光谱分析，1996，16（5）：78～81
[102] 仁建敏，杨明莉，魏泽英. 光谱学与光谱分析，18（6）：727
[103] 贾利. 光谱学与光谱分析，1997，17（1）：79～82

[104] 马成林，高晓伟. 微量元素研究进展（第一辑）. 北京：化学工业出版社，1995：274
[105] 贝源，陈遥君，戴乐美. 分析实验室，1995，14（3）：26
[106] 马成林，张光圣，高晓伟. 微量元素研究进展（第一辑）. 北京：化学工业出版社，1995：277
[107] 董立平，方肇伦. 光谱学与光谱分析，1994，14（1）：85
[108] 郝兴仁，马小玲. 痕量分析，1985，(3～4)：73
[109] 李玉珍，邓宏筠. 原子吸收分析应用手册. 北京：科学技术出版社，1990：264
[110] 陈如松，诸洪达，亚继光等. 微量元素研究进展（第四辑）. 上海：第二军医大学出版社，2001：13～14.
[111] 袁庆华. 光谱学与光谱分析，1993，13（4）：99
[112] 张永康，彭涛，姚俊等. 理化检验（化学分册），1996，32：92
[113] 李梅，蔡宁，曹亚萍. 塞曼火焰原子吸收光谱应用手册. 北京：地质出版社，1996：166
[114] 孙美雯，于汉琴，於素清. 光谱学与光谱分析，1992，12（1）：76
[115] 林春竹，谢镇远，孙泳梅. 微量元素研究进展（第二辑）. 北京：万国学术出版社，1997：76
[116] 三岛昌夫（日）著，艾有年，张风岗，邢大荣等 译. 环境样品中痕量金属的测定－试样预处理. 北京：北京大学出版社，1986：90～93
[117] 胡文珍，徐学勤. 微量元素研究进展（第一辑）. 北京：化学工业出版社，1995：101
[118] 程发良，梁业成. 分析实验室，1996，15（5）：60
[119] 李梅，蔡宁，曹亚萍. 塞曼火焰原子吸收光谱应用手册. 北京：地质出版社，1996：391
[120] 王夔 主编. 生命科学中的微量元素分析与数据手册. 北京：中国计量出版社，1998：93
[121] 吕慧敏，侯庆梅，李文元. 辐射防护，1992，12：69
[122] Wild E，Steffan I. Radiochimica Acta，1991，54：85
[123] 王夔 主编. 生命科学中的微量元素分析与数据手册. 北京：中国计量出版社，1998：94
[124] 唐海宁、翟宁、张烈红. 微量元素研究进展（第一辑）. 北京：化学工业出版社，1995：24.
[125] 邓旭旗，钟志光，刘崇华，光谱试验室，2001，18（2）：176～181
[126] 陶学益，陈小珍，胡建军. 地质实验室，1995，11（2）：65
[127] 张松林，张太强，张扬. 光谱实验室，1996，13（4）：45
[128] 黄森科. 光谱实验室，19（6）：787～789
[129] 李梅，蔡宁，曹亚萍. 塞曼火焰原子吸收光谱应用手册. 北京：地质出版社，1996：74
[130] 刘小颖，王仁元，于淑千. 环境与健康杂志，1993，10（增刊）：86
[131] 三岛昌夫（日）著，艾有年，张风岗，邢大荣等 译. 环境样品中痕量金属的测定－试样预处理. 北京：北京大学出版社，1986：87
[132] 胡圣虹，帅琴，邱海鸥. 第五届全国原子光谱分析学术报告会论文摘要，武汉，1996：159
[133] 陈莉华，谷文祥. 光谱实验室，1995，12（2）：57
[134] 李饮民，魏德江，任建刚. 营养学报，1992，14（1）：399，181
[135] 陈颖，梁凯，徐辉. 分析化学，1999，27（4）：464～467
[136] 王绪明，左德全. 国外分析仪器技术与应用，1992，(4)：72

第 3 章　土壤类

3.1 概述[1]

土壤类样品的采样是分析过程中的一个关键步骤。

土壤的采样：采样的目的大体上有两种。其一是为了了解某地区乃至于某个地点土壤的基本性质；其二是为了检查土壤的现状。前者适合于土壤生成分类调查和土壤组成成分天然赋存量的调查；后者适合于土壤肥沃程度的判定、受污染程度的了解、土壤生物调查、人为影响的调查等。采样目的不同采样方法也有差别。

从土壤的利用状态看，大致可分为水田土壤、旱田土壤、设施土壤、草地土壤、果园土壤、桑园土壤、茶园土壤、森林土壤、非农林地土壤，在这些地块上采样的有关注重事项也不尽相同。

采样时从每个地点上采取相同量的土壤（200 ~ 500g），混合后装入聚乙烯袋内。采样方法如图 3 - 1 所示，用土铲挖一个 V 型槽，沿着槽的斜面采取一定厚度的土壤。如果需要采取下层土样，必须清除表层土。

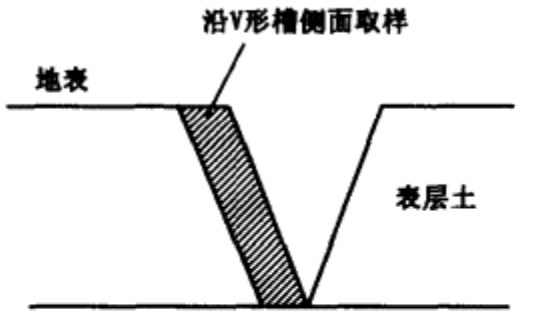


图 3 - 1　土壤采样法

将采来的土壤充分混合，在混合中用清洁的手指将土块碾碎。将混匀的土样摊在聚乙烯布上，不断搅拌使之风干。应避免阳光直射。在适当的情况下也可以在室内风干，也可以在 30 ~ 40℃的鼓风干燥箱内风干。

用大的磁乳钵和木制乳棒将风干的试样团粒捣碎。使粉碎的试样通过孔径 2nm 的萨纶筛网。将筛上粒度大于 2mm 的砂砾洗净风干，称其重量求出砂砾的含量。筛下部叫作风干细土，装入容积 1L 的试样瓶内保存。

装入 1L 试样瓶中的风干细土不能直接作为分析测试的试样，必须重新调制供分析测试的试样。

有些分析测试项目可以直接用通过 2mm 筛孔的风干细土进行。此时可以将风干细土取出，用四分法缩分出必要量装入中型试样瓶内。

有些分析测试项目要求将风干细土进一步粉碎，使之通过 1mm 或 0.5mm 孔径的筛网。此时要用玛瑙乳钵将缩分的试样磨碎，使之通过 1mm 或 0.5mm 孔径的非金属筛网。一次研磨后未能完全通过筛网的部分应再次研磨，直至完全过筛为止。将过筛的试样充分混匀，装入小型试样瓶内保存。

调节试样时应注意：

调制风干细土及分析试样时，如果不用于分析其中的金属成分，可以使用金属筛网。

将调制好的分析测试试样装入试样瓶时，不能装得太满，只能装到六、七分。底质中样品中含有石子、贝壳以及垃圾、废弃物等。在制备样品时要除去杂物。通常采取的底质含有大量水分，需要用滤纸过滤，或者用离心机离心除去上层清液，将沉淀物充分混合备用。对于含细沙较多的样品，如果过滤时间较

长亦可采用离心处理。

底质是由粒径不同的成分和有机物组成，颗粒中的金属以下述形态存在：

(1) 交换性阳离子

(2) 与有机物形成络合物

(3) 金属与非结晶形成氢氧化物，如 $Fe(OH)_3$、$Al(OH)_3$ 等共沉淀

(4) 单质化合物，如 CuS、CaS、$PbSO_4$ 及 FeS 等

(5) 存在于以硅酸为主的天然基质结晶格中。

采样器械一般用采泥器，要求采泥器垂直地沉到水底，而对河流、港湾等处采泥器应随水流而动，这种采泥器能采表面层的 5cm 的泥样，每次采样尽可能多采些。

底质样品包括：河流、湖沼、海洋以及土壤等。

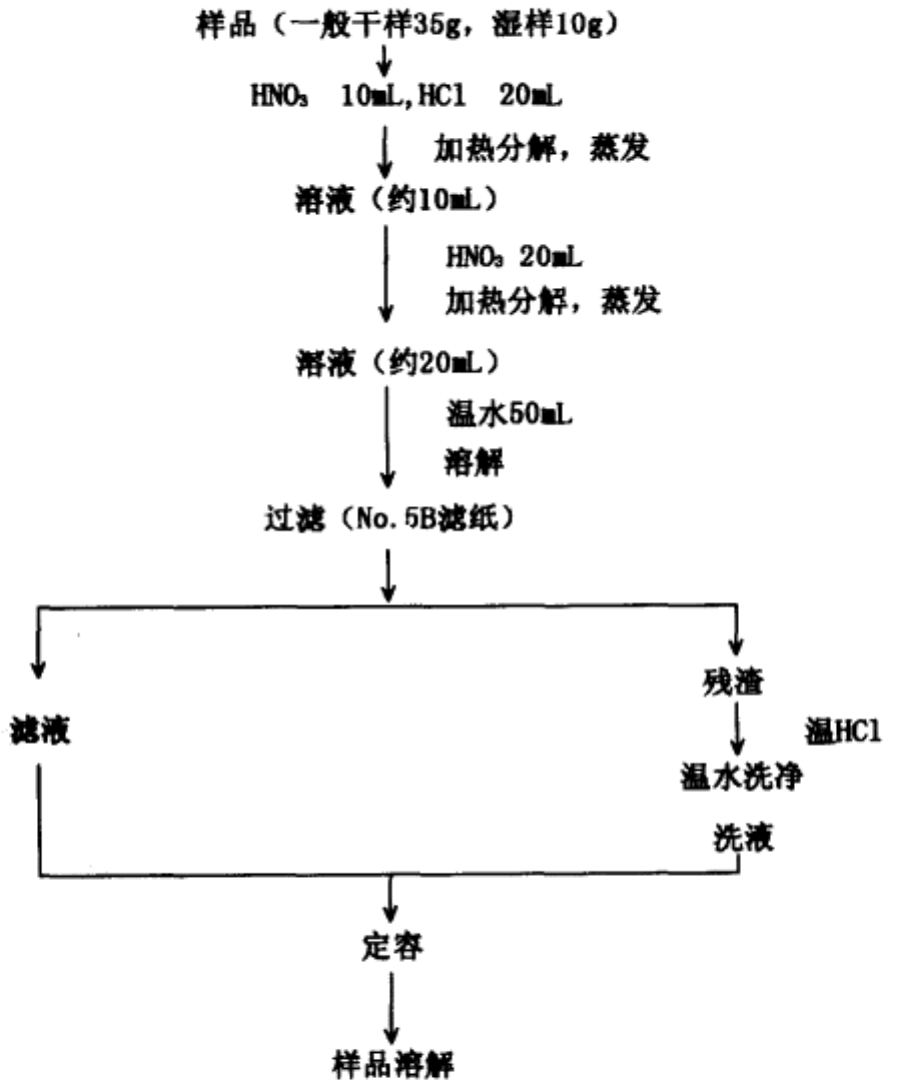
可提供分析的样品有两种：

(1) 风干样品，即样品中水分较少，放在干净瓷盘中，在无阳光直射的地方自然干燥，通常要 1～2 周，除去 2mm 以上的沙砾及植物根等过筛，用缩分器缩分。

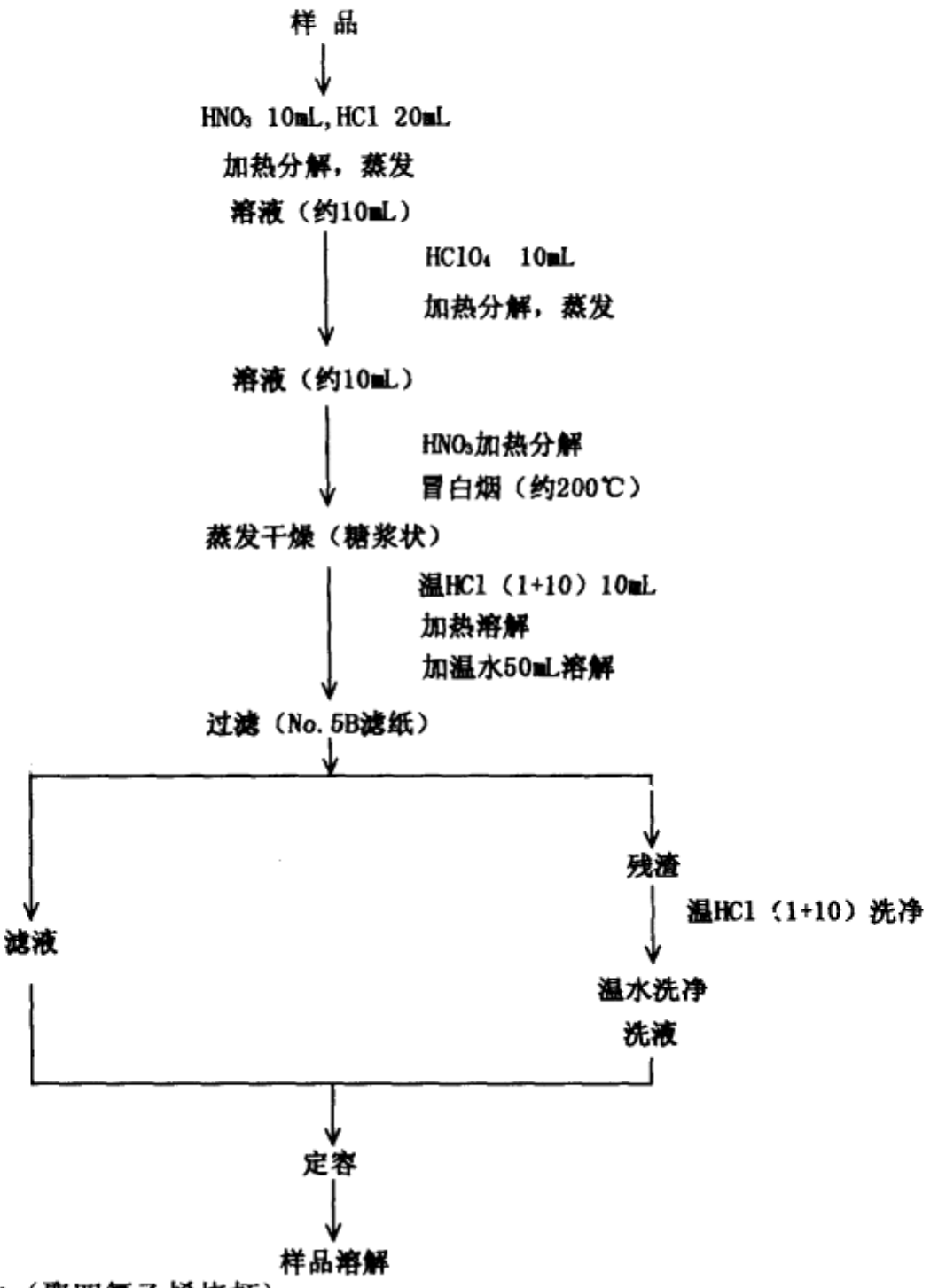
(2) 湿泥样品：去掉石子、贝壳、动植物等异物后，混匀，取 500～1000g 放入清净的聚乙烯瓶（或袋）中，取适量样品以 3000r/min 离心 20min，沉淀物即为样品。

底质的样品预处理有如下几种方法，可根据测定元素的不同而选择：

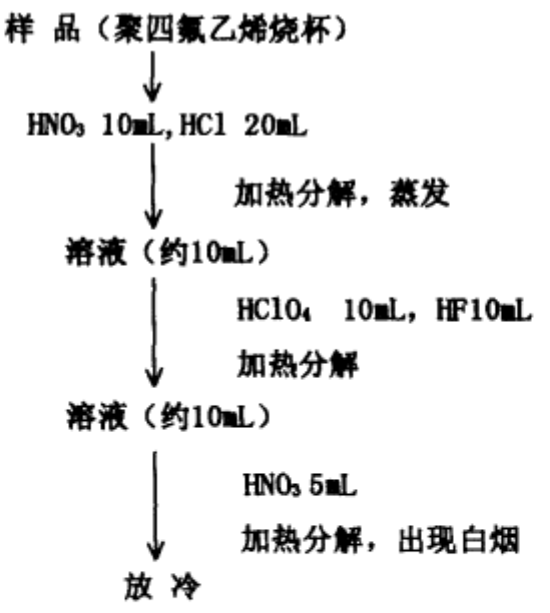
(1) HNO_3 + HCl 分解法。

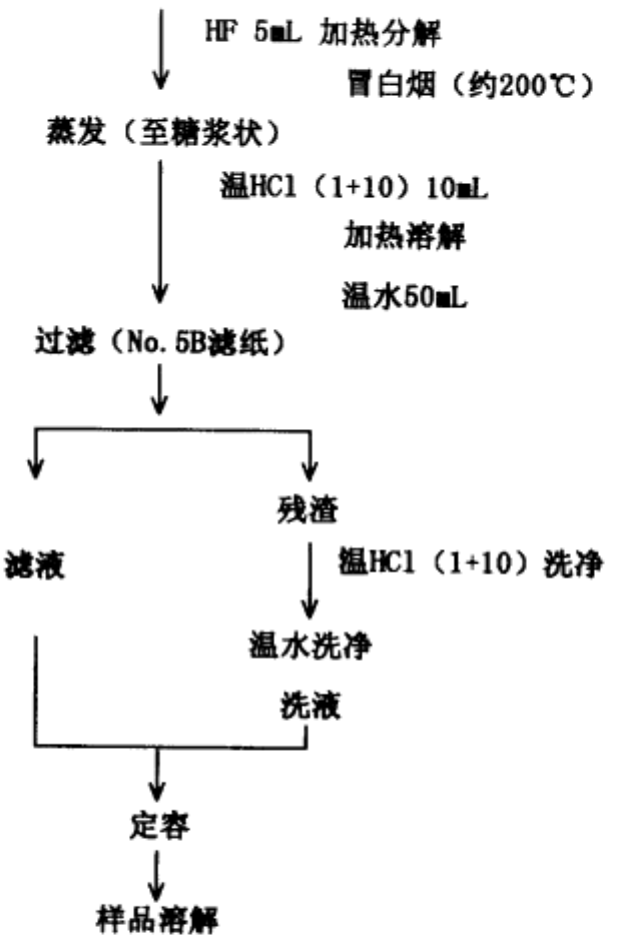


（2）$HNO_3 + HCl + HClO_4$ 分解法

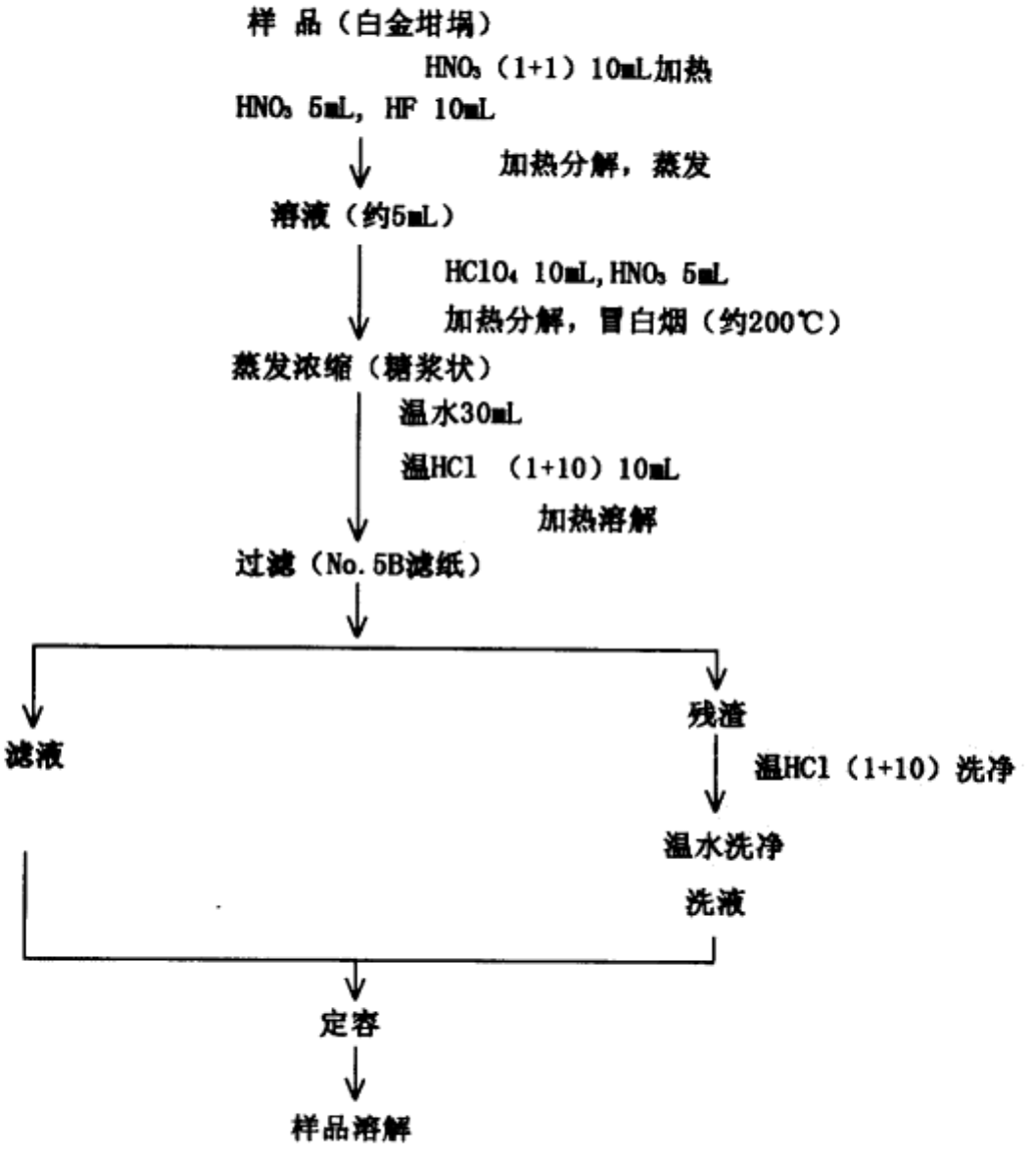


（3）HF 分解法（聚四氟乙烯烧杯）




HF 5mL 加热分解
冒白烟（约200℃）
蒸发（至糖浆状）
温HCl（1+10）10mL
加热溶解
温水50mL
过滤（No.5B滤纸）
残渣
滤液
温HCl（1+10）洗净
温水洗净
洗液
定容
样品溶解

(4) HF 分解法（白金皿）


样 品（白金坩埚）
HNO₃（1+1）10mL加热
HNO₃ 5mL，HF 10mL
加热分解，蒸发
溶液（约5mL）
HClO₄ 10mL，HNO₃ 5mL
加热分解，冒白烟（约200℃）
蒸发浓缩（糖浆状）
温水30mL
温HCl （1+10）10mL
加热溶解
过滤（No.5B滤纸）
滤液
残渣
温HCl（1+10）洗净
温水洗净
洗液
定容
样品溶解

（5）CDTC 萃取 AAS 法

按底质预处理方法得到的样品溶液，取一定量（含 Cd 0.2μg～10μg）于 200mL 烧杯中，按每 1 g 样品加 20mL　20%柠檬酸氢二铵溶液的比例，加入 20%柠檬酸氢二铵溶液，加水到 100mL。用氨水调至 pH 9－9.5，滴入氨水刚开始出现氢氧化物沉淀，则停止加氨水，再加 10mL 柠檬酸氢二铵溶液，然后继续加氨水。将此溶液转移到 300mL 分液漏斗中，加 5mL 5%　DDTC 溶液振摇混匀，用移液管或滴定管准确加入 10.0mL 醋酸丁酯，激烈振摇 1min，放入带塞的干试管中作为样品溶液，待测。

3.2 土壤类

土壤（Al、Ca、Cu、Fe、K、Na、Mg、Mn）

FAAS 法[2]

称取粉碎试样 1.000g 于聚四氟乙烯烧杯中，加 $HClO_4$　5mL 和 5mL　HNO_3，盖上表皿，在电热板上加热 2～3h①，取下表皿，逐渐增高温度，但注意不使内部试样崩溅，继续加热蒸发干涸。如已知试样中没有有机物，可省略以上处理步骤。

冷却后，加 5mL $HClO_4$，再慢慢加入 10mL　HF②，逐渐升温保持加热至冒 $HClO_4$白烟约 15min，暂时中断加热。再加 10mL HF，再次逐渐升温继续加热至蒸干试样③。

冷却后，加 5mL（6 mol/L）HCl，1mL　HNO_3，盖上表皿轻微沸腾 1h，然后加入约 300mL 水，盖上表皿，继续加热微沸 12h，将试样全部溶解。当出现白色半透明不溶物时，再继续加热，不久就会溶解④，如有黑色残留不溶物，它是铬铁，如不分析铬，则关系不大，将溶好的试样溶液至 100mL 容量瓶中，冷却后定容。马上转移至塑料瓶中保存，取上述消化液 5.0mL 于 100mL 容量瓶中，定容待测⑤。

注：①有机物含量高的试样，发泡多，开始不能加高温。

②为防止反应出现崩溅，一定要按此顺序操作。

③以 $HClO_4$蒸气对有机物进行氧化分解。

④最后蒸干时间不宜太长，否则生成不溶物。

⑤P、Ti 可用此法消化样品，但用分光光度法测定。

⑥测定 Al 时应加入 2% K 液 10mL，防止 Al 电离，用 $N_2O-C_2H_2$ 火焰。

土壤（B）

分光光度法[3]

称取风干且过 20 目尼龙筛的土样 10.000g 置于 150mL 塑料细口瓶中，加去离子水 20mL，放入浸提架，然后置液沸的大蒸锅中，蒸沸 10min，立即取出，置冷水中稍冷，加 $CaCl_2$ 三滴，摇匀，过滤于 15mL 塑料试管中。

吸取上述过滤清液 4.0mL，再加 6mL 显色剂于塑料试管中，加塞混匀 1min 后，于分光光度计上在波长 430nm 处测定 B。

土壤（Cd）

FAAS 法[4]

称取土壤样品 0.500g 于 100mL 高型硬质玻璃烧杯中，加少许水润湿，加王水 10mL，盖上表皿，放在电热板上加热，保持微沸至有机物剧烈反应后取下，稍冷后加入 2.5mL　$HClO_4$，继续加热至冒白烟，高温加热冒白烟至近干，直至土样呈灰白色①，取下稍冷，加入 25mL　1mol/L　HCl 煮沸，趁热用中速滤纸滤入 50.0mL 容量瓶中，以热水洗残渣数次，用水稀释至 50.0mL，摇匀。测定时准确吸取 20.0mL 处理好

的溶液于 50.0mL 具塞试管中，加 2mol/L KI 溶液 10mL，200g/L 抗坏血酸溶液 2.5mL，50.0g/L 二苯胍溶液 1.0mL，用水稀至 40mL，摇匀，准确加入 10.0mL MIBK 萃取②，同时做空白试验。

注：①分解样品很关键，不要出现棕色烧结干块，否则会使结果偏低。

②萃取时，一定要充分摇动，使萃取完全。

土壤（Cd）

FAAS 法[5]

称取 0.800g 风干并过 100 目筛的土样于聚四氟乙烯坩埚中，加 10mL 水润湿，逐滴滴入 2～3 滴 6mol/L HCl，待剧烈反应后，补加 5mL 6mol/L HCl，5mL HNO_3，于电热板上加热 3h，滴加 2mL HF，若出现黑色分解物需补加 3mL HNO_3，加盖后加热 1h，去盖加热至近干。移入已加有 12mL HCl 的 25mL 比色管中，定容，摇匀后备用，加入 3mL MIBK 萃取分离铁两次，弃去有机相。将水相加热蒸发溶解的 MIBK，并适当驱赶 HCl 后，加 1 滴甲基橙，用饱和 KOH 溶液调至溶液由红色变成黄色后，再滴加 0.1mol/L HCl 至溶液刚由黄色变成红色，再过量 1 滴，定容至 50.0mL 后，加 2mL 2g/L 的 APDC，摇匀后用 10.0mL MIBK 萃取，待测。

土壤（Co）

FAAS 法[6]

称取 0.800g 风干过 100 目筛的土样于聚四氟乙烯坩埚中，加 10mL 水湿润，逐滴滴入 2～3 滴 6mol/L HCl，待剧烈反应后，补加 5mL 6mol/L HCl，5mL HNO_3 于电热板上加热 3h，滴加 2mL HF，若出现黑色分解物须补加 3mL HNO_3 加盖后加热 1h，去盖加热至近干，移入已有 12mL HCl 的 25mL 比色管中。定容并摇匀后，各用 3mL MIBK 萃取分离铁两次，弃去有机相。将水相加热蒸发溶解的 MIBK，并适当驱赶 HCl 后，加 1 滴甲基橙，用饱和 KOH 调至溶液由红色变成黄色，再滴加 0.1mol/L HCl 至溶液由黄色变成红色，再过量 1 滴，定容至 50.0mL 后加 2mL 2g/L 的 APDC，摇匀后用 10.0mL MIBK 萃取①，待测②。

注：①含 Ca、Na、Al 较高的土壤由于背景吸收严重，所以萃取分离后进行测定。

②用此法还可以测定土壤中的 Cr、Mn、Pb。

土壤（Cu）

FAAS 法[7]

称取 12.500g 过 1mm 筛孔的风干土样于 125mL 塑料瓶中，加 25mL pH =7.3 的 DTPA 浸提剂，摇匀，盖紧。在 25℃左右的温度下，用往复振荡器以 180r/min 振荡 2h①，取下，用中速滤纸过滤，滤液用以测定 Cu②。

注：①振荡时，温度和振荡时间、振荡速率应控制一致。

②此溶液还可以测定 Zn。

土壤（Cu、Zn）

FAAS 法[8]

称取风干土壤 10.000g 于 150mL 三角瓶中，加 50mL DTPA 浸提剂（二乙烯三胺五乙酸），振荡 2h，振荡器的转数为 180r/min。过滤，定容混匀，待测。

土壤（Co）

FAAS 法

称取 1.000g 在 105℃下烘干的土壤样品于 30mL 聚四氟乙烯坩埚中，加入王水、$HClO_4$、HF 等分解样品后，蒸至近干。用 1%　HNO_3 定容至 50.0mL，摇匀，待测。

土壤（F）

氯离子选电极法[10]

将土壤样品风干，磨细过 100 目筛。称取 0.500g 土样，置于镍坩埚内，用少量水润湿，加入 6mL 67%　NaOH 溶液，混匀，在 150℃烘箱内烘干，放入高温电阻炉内，升温至 600℃，熔融 0.5h。取出冷却，加入 10mL 水，微热使其溶解。再慢慢滴加 8mL　HCl，边加边搅拌，将 pH 调至 8～9。转入 100mL 容量瓶中，用水定容，摇匀，过滤于塑料瓶内，待测。

土壤（Fe、Mn、Cu、Zn、Ni）

FAAS 法

称取通过 2mm 带孔的风干土壤 10.00g，放入 125mL 三角瓶中，加入 20mL　DTPA①（0.05mol/L）提取液，振荡 2h，过滤待测。

注：①0.05mol/L　DTPA 提取液的配制：称取 1.970g 二乙基胺五乙酸 + 14.9g 三乙醇胺 + 1.47g 氯化钙，先溶解在 200mL 纯水中，待全部溶解后，稀释约 900mL，用 HCl（1 + 1）调节 pH 至 7.30 ± 0.05，搅拌并稀释至 1L，摇匀待用。

土壤（Fe、Al、Ca、Mg、K、Na、Zn、Mn、V、Cu、Ti、Cr、Sr、Ni、Ba、Ga、Li、Be）

ICP – AES 法[12]

称取过 140 目的土壤样品 0.250 g 于聚四氟乙烯坩埚中，以少量水润湿，加入 5mL　HNO_3，2mL　HF，放在电热板上加热（约 100℃左右）40min，取下冷却。加 5mL　HF 继续加热至近干，取下冷却，加入 2mL 混酸（HNO_3 + $HClO_4$ = 1 + 1）继续加热（< 24℃）至近干，再补加少量混酸反复蒸干 2～3 次，取下冷却，用 5% HNO_3 加热溶解残渣，并过滤，定容至 50.0mL，做空白试验，待测。

土壤（Hg）

冷原子吸收法[13]

将土壤样品烘干，用土壤粉碎机磨细过 100 目筛，称取 0.500g 样品置于 250mL 长颈凯氏瓶内，加入 30mL HNO_3，在水冷下慢慢加入 20mL　H_2SO_4，在凯氏瓶口盖一只弯颈漏斗，漏斗内放一粒玻璃球以减少蒸发。用控温电炉消化保持微沸状态，直至棕色气体消失并冒白烟为止。如果瓶内容物不清亮，放冷后再加入 5mL　HNO_3，继续消化，重复此操作直至溶液变清亮为止。冷却后加入 10mL　10%　尿素溶液，再煮沸。冷却，加入 1g 高锰酸钾，不时地振摇直至溶液呈紫色不褪为止。然后加热煮沸 10min，冷却，滴加 20%盐酸羟胺溶液，使高锰酸钾腿色，到溶液透明无色①，用水稀至 100mL，摇匀，过滤到小塑料瓶内，作为待测溶液同时作试剂空白。

用移液管分别移取 10.0～30.0mL 待测溶液和汞标准溶液分别置于 7 只 50mL 汞反应瓶内，依次加入 1mL 10%氯化亚锡②溶液，并迅速接到冷原子吸收测汞仪上测定吸收值③。

注：①土壤中的有机汞如果分解不完全时，可加入 H_2SO_4 和 $KMnO_4$ 才能将有机汞分解为 Hg^{2+}。

②氯化亚锡为还原剂，将 Hg^{2+} 还原成金属汞（Hg）。

③在测汞前 30min 就要开启冷原子吸收测汞仪。

土壤（I）

分光光度法[14]

称取 0.500g 土壤样品于覆有艾斯卡溶剂的瓷坩埚中，再在上面盖 2 g 熔剂。于低温升至 780℃熔融 30min，取出冷却。热水提取，移入 50mL 比色管，稀释至刻度，摇匀。取清液 5 ~ 10mL 于 50mL 比色管，加混合液（A）5mL（$H_3AsO_3 + NaCl + H_2SO_4 = 1 + 3 + 1$），用水稀释至 25.0mL，充分摇匀，静置 5min，隔 20s 加入 3.5mL 硫酸铈溶液，立即摇匀。20 – 50min 后相同顺序隔 20s 加混合液（B）［$(NH_4)_2Fe(SO_4)_2 \cdot 6H_2O + KSCN = 2 + 3$］5mL，摇匀，稀释至刻度，以去离子水做参比，1cm 比色皿，于波长 520nm 处测定吸光度值。

土壤（有效 Mo）

GFAAS 法[15]

称取 5.000g 风干土样（通过 2mm 尼龙筛），或于 180mL 的塑料瓶中，加入 50mL 草酸 – 草酸铵浸提液。盖紧瓶塞，在往复振荡机上振荡 3h，过滤。

分取滤液 25.0mL 于 50mL 烧杯中，移至电炉上蒸发至干。加热破坏部分草酸盐后（不要尽干否则容易溅出），移入马弗炉中于 450℃灼烧 4h，破坏草酸和有机物。冷却后加 1mL HNO_3（1 + 1），加热溶解晶体，加 0.5mL $BaCl_2$（1%），用去离子水洗入 10mL 比色管中，用水定容，摇匀待测。

土壤（Pb）

FAAS 法[16]

称取 120 目干土样 0.500g（准确至 0.001 g），放入 50mL 烧杯中，加 10mL 王水，置于电热板上，待样品微沸后加入 5mL $HClO_4$，盖上表皿，加热至冒白烟，取下表皿洗净。继续加热至 $HClO_4$ 白烟冒尽取下①，加入 8mol/L HNO_3 1mL，微热使样品溶解，然后移入 25.0mL 容量瓶中，定容，摇匀待测②。

注：①当 $HClO_4$ 白烟冒尽后，应立即取下，加热时间过长时，会造成 Pb 的测定值偏低。

②用此方法尚可测定土壤中的 Ni 。

土壤（Pb、Cd）

GFAAS 法[17]

将土壤用王水 – H_2O_2 处理，然后用 1% HNO_3 定容于 50.0mL 容量瓶中。取 2.0 ~ 4.0mL 样品溶液于 10.0mL 容量瓶中，加 1% H_3PO_4 1mL，用 1% HNO_3 定容，摇匀备用。

土壤（Pb、Cd）

GFAAS 法[18]

按土壤采样标准取样，烘干，磨碎过 100 目。

称取上述土壤样品 0.500g 加入少量水，然后加混合酸 4mL，微热 2h，再加 6mL HNO_3，1h 后加 6mL HF，白烟冒尽干后，以 0.1mol/L HCl 稀释至 25.0mL。

萃取方法：在 8 支 25mL 试管中，分别取上述样品溶液 5.0mL，加 3mL HCl（2%），加 1mL KI，1mL Vc（2%）后摇匀，静置 5min 加 5mL MIBK，萃取 2min 静止后，有机相待测②。

注：①测定 Pb、Cd 时都加 $(NH_4)_2HPO_4$ 1mL（5%）

②有机相的 pH = 9.5

土壤（Pb、Ni、Cr、Co、Mo、Cd）

GFAAS、FAAS 法

将土样风干磨细过 100 目筛，称取 2.000g 土样置于铂坩埚内（如果土壤内有机质含量高，可改用瓷坩埚），在 900℃高温电阻炉内灼烧 20min。冷却后，加入 15mL　HF 和 15mL　HCl（如果用瓷坩埚灼烧，可转入聚四氟乙烯杯内），在通风柜内低温（200～250℃）加热消解样品，并蒸发至干，再加入 10mL　HF 和 10mL HCl，重复消解蒸发，最后用 2%硝酸溶解残渣并定容至 50.0mL，摇匀，待测。同时制备试剂空白。

Co、Mn、Cd 用石墨炉法测定，Ni、Cr、Pb 用火焰原子吸收法测定。

土壤（Pb、Cd）

GFAAS 法[19]

称取预处理并过 100 目筛的固体土壤样品 0.100g～0.300g 于 50mL 烧杯中，加入琼脂悬浮剂 25mL，在磁力搅拌器上搅拌数分钟，取部分样品悬浮液于自动进样器样品杯中待测。进样 10μL，再注入 10μL 0.5% $NH_4H_2PO_4$ 作为基体改进剂。

土壤（Pb）

平台 GFAAS 法[20]

取约 2kg 土样在 105℃下干燥 24h，然后用瓷研钵研磨，并进一步在球磨机里研磨 24～48h（处理不同试样之间用少量干沙清洗球磨机），然后再用蒸馏－去离子水彻底冲洗。对于酸消化法可用此法处理土壤进行 AAS 测定。但对于泥浆用电热原子化原子吸收法测定时，土样必须进一步研磨。取约 2 g 土样在球墨机里研磨 10min。

取上述很细的土样粉末（5～20mg）置于 50mL 烧杯中，加入 25mL 蒸馏去离子水，用磁搅拌器在不使空气进入悬浮物的最快速度下将泥浆搅拌 3min，在搅拌悬浮物的同时，用微量吸管吸取 20μL 泥浆，每个样品均吸取 3 次，滴到石墨炉平台上，再将平台插入石墨炉中，按石墨炉的工作参数进行原子吸收法测定。

土壤（Zn）

FAAS 法[21]

称取 0.500g 土壤于 100mL 高型硬质玻璃烧杯中，加少许水润湿，加 10mL 王水，盖上表皿放在电热板上加热保持微沸至有机物剧烈反应后取下，稍冷后加入 $HClO_4$　2.5mL，继续加热至冒白烟，并蒸至近干，直至土样呈灰白色①，取下稍冷，加入 25mL　6mol/L　HCl 煮沸，趁热用中速滤纸滤入 50.0mL 容量瓶中，以热水洗残渣数次，用水稀至 50.0mL，摇匀，待测。

注：①样品必须消化完全，不要出现棕色烧结干块，否则分析结果偏低。

土壤（Zn）

FAAS 法[22]

取约 0.800g 风干过 100 目筛的土样于聚四氟乙烯坩埚中，加 10mL 水湿润，逐滴滴入 2～3 滴 6mol/L HCl，待剧烈反应后，补加 5mL　6mol/L　HCl，5mL　HNO_3，于电热板上加热 3h，滴加 2mL　HF，若出现黑色不溶物需补加 3mL HNO_3，加盖后加热 1h，去盖加热至近干。移入已加有 12mL 水的 25mL 比色管中。定容并摇匀后，各用 3mL MIBK 萃取分离铁两次，弃去有机相。将水相加热蒸发溶解的 MIBK，并适

当驱赶 HCl 后，加 1 滴甲基橙，用饱和 NaOH 调至溶液由红色变成黄色，再滴加 0.1mol/L HCl 使溶液刚由黄色变成红色，再过量 1 滴，定容至 50.0mL，加 2mL 2g/L 的 APDC，摇匀后用 10mL MIBK 萃取①，待测。

注：①样品亦可不经萃取，溶样后直接测定。Ca、Na、Al 较高的土样，由于严重背景吸收，所以要萃取分离。

土壤（Zn）

FAAS 法

称取风干细土 5.000g 置于 200mL 三角瓶中，加入 1mL H_2SO_4，5mL HNO_3 和 20mL $HClO_4$，盖上表皿，在加热板上加热消化 3h，消化时的温度不宜超过 130℃①，取下表皿徐徐升温加热浓缩至浆糊状。冷却后加入 1mol/L HCl 30mL 和 50mL 热水，加速加热至近沸后保温，上澄液滤入 200～250mL 容量瓶，先用 1mol/L HCl 洗残渣几次，再用热水洗几次，一并洗入容量瓶。冷却后定容混匀备用。

注：①如果一开始温度太高，HNO_3 挥发速度大于分解速度，使分解不完全。上述用 $HClO_4$ 分解法的试样，从中分取出相当 2g 土壤的溶液于 300mL 烧杯中，加入柠檬酸二铵液 20mL，滴入氨水（1+1），一边搅拌一边用 pH 计测定，调节至 pH = 9.5。如果在滴加氨水（1+1）时有氢氧化物沉淀出现，应停止加氨水，在补加 10mL 柠檬酸二铵后再滴加氨水。定量转移上述溶液于 300mL 分液漏斗中，连同洗涤水，使溶液定量改为 120mL。加 10mL DDTC 液后轻轻摇匀，准确加入 20.0mL MIBK。把分液漏斗放在振荡机上激烈振荡 5min，静置，待水相和 MIBK 相分离后，弃去水相，用有机相测定 Zn。

土壤（可溶性硫酸盐）

AAS 间接测定法[24]

将土壤样品风干，磨细过 1mm 筛，称取 10.000 g 处理后的土样置于 250mL 塑料瓶内，加入 50.0mL 去离子水，盖严瓶盖，在 20～25℃室温下用往复式振荡器振荡 15min，放置过夜，第二天再振荡 10min，用双层定量滤纸过滤，滤液作为待测溶液。分取适量体积的待测溶液于 50mL 容量瓶内，在 80℃水浴上加热 5min（其体积不少于 20mL，不足时可补加水）准确加入 100μmol/L Ba 标液，摇匀从水浴上移开，冷却，加入 1mL 5%氯化铯溶液，用水定容摇匀，用滤纸过滤除去沉淀，待测。在波长 553.6nm 处测定 Ba，再换算成 SO_4^{2-} 的量。

土壤（多元素）

ICP – AES 法

土壤经拌匀、粉碎并使通过 100 目的筛。取 1.000g 样品，加入 10mL HNO_3 加热至近干，再加 5.5mL $HClO_4$，加热至冒白烟。当做全分析时，取样 0.500g 用聚四氟乙烯烧杯消化，采用混酸 HNO_3 – HF – $HClO_4$ 或 HNO_3 – $HClO_4$ 消化方法差不多。

土壤（多元素）

ICP – AES 法

称取土样 1.000～5.000g 于大烧杯中，加 10.0mL 浓 HNO_3，5mL 优级纯浓 H_2SO_4，加热至冒 SO_3 白烟，溶液透明（未透明时补加 5.0mL HNO_3）后，浓缩至近干。冷却，用 2～3mL 6mol/L HCl 溶解残渣。加蒸馏水、过滤、用 0.1mol/L 温热 HCl 洗滤纸上不溶物（硅酸），滤液和洗液定容 100mL，混匀备用。

土壤（稀土元素）

ICP – AES 法[27]

将土壤样品在烘箱中 120℃恒重 4h，称取 0.100 g 样品和 0.3g　$LiBO_2$ 混匀后，放入石墨坩埚中，置于高温箱式电阻炉中于 1000℃保温 30min 生成熔珠，用铂金钳把石墨坩埚从炉中取出，将熔珠倾倒入盛有 10mL　5%　HNO_3 的烧杯中。在电磁搅拌器上搅拌加热消解，定量转移入 100mL 容量瓶中，用 1% HNO_3 定容至 100mL。再从中吸取 2.5mL 溶液转移入 10.0mL 容量瓶中，加入 Re 作内标溶液，用 1% HNO_3 定容至 10.0mL，待测。

土壤（多环芳烃）

HPLC 法[28]

称取 15.000g 土壤样品（已风干，过 40～60 目）于 100mL 锥形瓶中，加入 20mL 二氯甲烷于超声水浴中，提取 5min，将提取液转移至 K – D 浓缩器中，再于样品中加入 20mL 二氯甲烷，继续于超声水浴中提取 2min，再加入 20mL 二氯甲烷浸泡 2h，将几次提取液合并于 K – D 浓缩器中，在约 65℃的水浴上浓缩至 0.5mL，待 HPLC 分析用。

3.3 其它

土壤及水系沉积物（As）

HG – AAS 法[29]

称取 0.100 g 样品于聚四氟乙烯坩埚中，加 1.5mL　HNO_3，1mL　HCl，加盖后加热 3h，再加 1mL HNO_3，0.5mL H_2O_2，滴入数滴 $HClO_4$，加盖煮 2h。冷却后用水冲净盖和内壁，开盖微热蒸至近干，加 1mL HCl 后移入 5.0mL 容量瓶中，加 1mL　5%　KI 用水定容，摇匀备用。

土壤岩石（Sb）

GFAAS 法[30]

称取样品 0.100g，加入王水 12mL，微火溶解完全溶解后转入 10.0mL 容量瓶中，加入 Ni[①]标液（1mg/mL）20μg，定容，待测。

注：①Ni 溶液是基体改进剂

土壤、岩石（Te、Se）

巯基棉富集 – 催化极谱法[31]

本法采用 0.100～0.150g 巯基棉，30mL 含 10 gL 酒石酸的 2mol/L　HCl 溶液上柱，3mL HNO_3（2 + 1）沸水浴 3～5min 解脱。催化极谱法测定硒、碲。硒的检测下限为 0.05mg/mL，碲的检测下限为 0.01mg/mL。相对标准偏差分别为 4.6%～10%，12.1%～33.3%。

称取 0.250g 试样于 100mL 烧杯中，加 15mL　HNO_3、3mL　$HClO_4$、12mL　HCl，盖上表面皿加热分解，蒸至 $HClO_4$ 冒烟，3～5min 后取下冷却，加 10mL 含 30g/L 酒石酸的 HCl（1 + 1）溶液，加热至微沸，冷却，用 2mol/L　HCl 洗表面皿，加 20mL 水，用玻璃棒搅匀，以 2mL/min 的流速，经滤纸通过预先用 2mol/L　HCl 浸泡过的巯基棉柱。用 2mol/L　HCl 洗烧杯 3 次，洗巯基棉 3～5 次。弃去滤纸，用洗耳球吹或玻璃棒挤压掉巯基棉上的大部分残液。将巯基棉置于 10mL 比色管中，加 3mL HNO_3（2 + 1），水浴上煮沸 35min 流水冷却，稀释至刻度，摇匀放置（称之为解脱液），备用。

1. 硒的测定

取解脱清液 2.0mL（视 Se 量而增减）于 15mL 烧杯中，加 4 滴 $HClO_4$，电炉上加热至刚冒烟，趁热加 1～2 滴 HNO_3，等冒烟取下，冷却，用少量水洗杯壁，再蒸至刚冒烟，取下冷却，加 2mL 200g/L Na_2SO_3 溶液，摇匀放置 5min，加 3mL 500g/L K_2CO_3 溶液摇匀，加 5mL 4g/L KIO_4 溶液，1 滴 500g/L EDTA 溶液，摇匀放置 15min 后，于 0.65v 处作导数极谱图。

工作曲线的制作：取 0.00、0.01、0.025、0.05、0.10、0.15、0.20μg Se 于 15mL 烧杯中加 4 滴 $HClO_4$，以下按试样分析步骤操作。

2. 碲的测定

取解脱清液 2.0mL（视 Te 量而增减）于 15mL 烧杯中，加 1mL 5mol/L H_2SO_4，1 滴 200g/L NaCl，加热至 H_2SO_4 刚冒烟，趁热滴加 2～3 滴 HNO_3，继续蒸至 H_2SO_4 刚冒烟，取下冷却，加 1mL HBr，加热至刚冒烟，取下冷却后用水吹洗烧杯，再加热至刚冒烟。取下冷却，加入 5mL 混合底液［5mg Re^{7+}、50mL Cu^{2+}、于 500mL 容量瓶中，加入 30mL H_2SO_4（1 + 1），50g NaCl，用水定容］摇匀，放置半小时，于 -0.85v 处作 Te 的导数极谱图。

工作曲线的制作：取 0.000，0.001，0.0025，0.005，0.010，0.015，0.020μg Te 于 15mL 烧杯中，加 1mL 5mol/L H_2SO_4，滴加 200g/L NaCl 溶液，电炉上加热至 H_2SO_4 刚冒烟，以下操作同试样中碲的测定。

石灰性土壤（有效态 Fe）

FAAS 法[32]

将风干土壤用土壤粉碎机磨细。过 1mm 筛，称取 25.000g 置于 250mL 塑料瓶内，用移液管加入 100mL DTPA 浸提溶液①（二乙基胺五乙酸）在 20～25℃室温下用往复式振荡器振荡 4h，过滤得到清液，待测。

注：①DTPA 浸提溶液（pH 7.3）：其成分为 0.005mol/L DTPA，0.01mol/L CaC_2 和 0.1mol/L TEA。

沉积物土壤（Ca、Na、Ti、Cu、Mn、V）

FAAS 法[34]

称取 0.100 g 样品于铂坩埚中，加入 2mL HNO_3，1mL $HClO_4$ 于电热板上加热分解有机质。冒白烟后，取下冷却，加入 5mL HF、1mL $HClO_4$ 继续消化至大量冒白烟，残渣近干时取下，冷却，加入 1.25mL HNO_3，用热水将残渣转入 25.0mL 容量瓶中定容后转入塑料瓶中备用。

沉积物土壤（Cr）

FAAS 法[34]

称取样品 0.500g 于聚四氟乙烯高压溶样罐中，加入 5mL 混酸（$HNO_3 + HClO_4 = 3 + 1$）和 5mL HF，密闭容器放入烘箱内，160℃恒温 4h，冷却后开盖，将消化液及残渣全部移入聚四氟乙烯烧杯中，在 180～200℃的电热板上敞口加热，蒸发至近干，用少量 0.08mol/L HNO_3 冲洗烧杯壁，加热使盐类溶解，然后移入 50mL 比色管中，用 0.08mol/L HNO_3 定容①，摇匀，待测。

注：①高压溶样的消化液蒸至近干后，再用稀 HNO_3 溶解为好。可提高测定的准确度和精密度。

海洋沉积物（Au）

激光激发 **AFS** 法[35]

取自东海大陆架海洋沉积物样品，因其样品量少、含金量小和基体成分复杂等特点，我们用黄原酯棉吸附 Au 的预处理方法与 LEAFS 相配合（预处理时的样品量仅需 3g 左右，而其它分析方法一般需要 10g 左右）。

黄原酯棉吸附 Au 的处理方法的原理是：在一定浓度的王水介质中，黄原酯棉可定量吸附 Au 等贵金

属离子，而与大量铁、铬、锑等基体元素分离，含 Au 的黄原酯棉用含有少量 HNO_3 的 HCl 加热处理，Au 被解脱下来，将解脱液稀释至所需刻度，即为待测液。

海洋沉积物（Hg）

蒸气发生 - **AFS** 法[36]

称取约 1.000g 沉积物湿样盛于 50mL 烧杯中，加入 5mL　HNO_3，于 90℃ ± 5℃水浴中消解 30min，取出，冷却、滴加 1 mL　H_2O_2，在水浴中继续消解 30 min，冷却后全量转入 100mL 容量瓶中，滴加高锰酸钾溶液至红色不褪，再滴加盐酸羟胺溶液使红色褪尽并加水至标线，取上述清液进样。测定沉积物湿样的含水率，以干重计算沉积物中的汞含量①。

汞标准溶液：用汞 1.000（g/mL）标准贮备溶液（国家一级标准物质）②配制标准溶液系列，汞的浓度为：0.000，0.050，0.100，0.300，0.500，0.800，1.000g/L，介质为 5% HNO_3。

注：①不同的海洋沉积物如：粘土质粉砂、沙质粉砂、粉砂、砂等。

②标准参考物质：海洋沉积物标准物质（GBW07314）（国家海洋局第二研究所）

沉积物（Sn）

反相 **FI** 化学发光法[37]

称取 0.200g 沉积物样品于 30mL 聚四氟乙烯坩埚中，加 15mL　HNO_3（1 + 1），加盖，加热至体积约 5mL，加 4mL　$HClO_4$，加盖，蒸发至体积约 1mL。用 0.3mol/L　HCl 冲洗盖，冲洗液收集到坩埚中，加 2mL HF，浓缩至体积约为 0.2mL，补加 1mL　HF，蒸至近干，用 0.3mol/L　HCl 冲洗壁至半坩埚，加热至微沸取下稀释至 100mL。以下为反相 FI 分析。

污泥（Cu）

FAAS 法[38]

称取 5.000g 干燥的样品，加 5mL　H_2SO_4，10mL　HNO_3，加热分解，再加 10mL　6mol/L　HCl 继加热溶解，冷却后用水定容至 100mL，摇匀，待测。

底质（Cr）

FAAS 法[39]

测定底质和土壤中的 Cr 单单用酸处理是不够的，特别是 Cr_2O_3 这类物质，即使是使用强酸也难溶解，故使用 HF 及碱熔融法联合分解。

HF 处理——碱熔融法

①把在 105 - 110℃干燥的样品用玛瑙乳钵研碎，其粒径小于 74μm（200 目）。称取 0.500g 样品于瓷坩埚内用马弗炉徐徐升温到 550℃，灰化 2h。

②把灰化的样品移入白金坩埚或白金皿内。如果样品附着在瓷坩埚上时，用干净的毛笔等完全移入白金坩埚或白金皿内。往坩埚内加几滴（1 + 3）H_2SO_4 和 20mL　HF。在通风橱内用电热板徐徐升温加热到硫酸开始产生白烟。然后放冷片刻，再加 5mL HF 加热，使之产生 H_2SO_4 白烟。H_2SO_4 几乎被赶尽不再产生白烟时，继续用直火加热白金坩埚，赶出残余的 H_2SO_4。

③放冷后往坩埚里加 5g　Na_2CO_3 和 0.3g　$NaNO_3$，用 3 ~ 4mm 粗的玻璃棒把坩埚内的残余物充分混合，然后用煤气灯直火加热坩埚。加热操作要徐徐升温至完全红热（约 900℃以上），其间要时常摇动坩埚使内容物很好地混合，强热融解约 20min。

④放冷后往坩埚里加少量温水，加热到近沸腾、熔融物从坩埚底部分离后，用温水将其洗入 200mL

烧杯内，部分熔融物粘在坩埚上时用温水洗到烧杯内。

在水浴上加热烧杯浸出铬酸盐。取下烧杯静置，加水分解生成物使之沉降后用滤纸（No.5B）过滤，用温水洗几次沉淀。

⑤合并滤液和洗液，用（1＋2）H_2SO_4 溶液中和，把该液移入 100mL 容量瓶。如液量多时加热蒸发到约 8mL 后移入容量瓶，加水到刻度作为样品溶液。

参考文献

[1] 三岛昌夫（日）著，艾有年，张风岗，邢大荣等译. 环境样品中痕量金属的测定－试样预处理. 北京：北京大学出版社，1986：37～47

[3] 杜新. 微量元素研究进展（第一辑）. 北京：化学工业出版社，1995：256～259

[4] 李梅，蔡宁，曹亚萍. 塞曼火焰原子吸收光谱应用手册. 北京：地质出版社，1996：118

[5] 李梅，蔡宁，曹亚萍. 塞曼火焰原子吸收光谱应用手册. 北京：地质出版社，1996：105

[6] 李梅，蔡宁，曹亚萍. 塞曼火焰原子吸收光谱应用手册. 北京：地质出版社，1996：120

[7] 李梅，蔡宁，曹亚萍. 塞曼火焰原子吸收光谱应用手册. 北京：地质出版社，1996：164

[8] 周庆珍. 微量元素研究进展（第一辑）. 北京：化学工业出版社，1995：158～161

[10] 叶水英，于建国. 微量元素研究进展（第一辑）. 北京：化学工业出版社，1995：269～271

[11] 谭生建，曹晔，张光友. 现代仪器使用与维修，1998，(1)：33～34

[12] 孙文舜，任毅. 分析实验室，1988，7 (2)：31～34

[13] 于建国. 现代实用仪器分析方法，北京：中国林业出版社，1994：12～13

[14] 王蓓. 有色金属分析通讯，1998，(3)：15～18

[15] 袁有明，王明锐. 光谱仪器与分析，2001，(4)：22～24

[16] 李梅，蔡宁，曹亚萍. 塞曼火焰原子吸收光谱应用手册. 北京：地质出版社，1996：352

[17] 施燕支，王崇民，王一旬. 微量元素研究进展（第一辑）. 北京：化学工业出版社，1995：247～250

[18] 周林爱，曹民杰. 光谱仪器与分析，2001，(4)：23～24

[19] 邓世林，李新凤，周平. 光谱学与光谱分析，1996，16 (3)：106～110

[20] 姜恒春 译. 分析通讯，1984，(3)：55～57

[21] 李梅，蔡宁，曹亚萍. 塞曼火焰原子吸收光谱应用手册. 北京：地质出版社，1996：442

[22] 李梅，蔡宁，曹亚萍. 塞曼火焰原子吸收光谱应用手册. 北京：地质出版社，1996：439 和 P334

[24] 于建国. 现代实用仪器分析方法，北京：中国林业出版社，1994：10～12

[25] 中国光学学会光谱专业委员会。分析样品的预处理 . 北京：北京大学出版社（内部）

[27] 刘虎生，王耐芬，刘明. 光谱学与光谱分析，1996，16 (6)：66～70

[28] 刘德金，周展明. 分析实验室，1996，15 (6)：73～75

[29] 陈杭亭，杜继贤. 光谱学与光谱分析，1994，14 (3)：87～92

[30] 陈春泉. 光谱学与光谱分析，1995，15 (3)：77～82

[31] 郑日云. 有色金属分析通讯，1994，(2)：24～25

[32] 于建国. 现代实用仪器分析方法，北京：中国林业出版社，1994：9～10

[33] 王丽珍. 第五届全国原子光谱分析学术报告会论文摘要，武汉，1996：71

[34] 李梅，蔡宁，曹亚萍. 塞曼火焰原子吸收光谱应用手册. 北京：地质出版社，1996：133

[35] 薛猛，林琴如，马万云. 光谱学与光谱分析，1996，16 (3)：83～87

[36] 王一鸣，王晓华，郭远明. 光谱仪器与分析，2001，(2)：54～57

[37] 朱秀会，于振安. 冶金分析，1996，16（2）：19～22
[38] 李梅，蔡宁，曹亚萍. 塞曼火焰原子吸收光谱应用手册. 北京：地质出版社，1996：175
[39] 三岛昌夫（日）著，艾有年，张凤岗，邢大荣等译 . 环境样品中痕量金属的测定 – 试样预处理 . 北京：北京大学出版社，1986：55～56

第4章　环境类

4.1　概述

在环境保护样品分析中，样品的对象为水和废水、大气和废气、固定废弃物（土壤及底质分析可参见第3章）等，其中主要是水样，一般情况下水样可直接分析。

水样的采集和保存很重要。特别是测定样品中微量元素时，所用容器的污染及吸附会影响到分析的结果。所以容器需要塑料制品（如：聚乙烯、聚苯乙烯及聚四氟乙烯等制成的瓶子或杯子），使用前先用浓度小于1%的洗涤剂清洗，再用自来水、蒸馏水或去离子水冲洗干净，并浸泡在 HNO_3（1+2）中。在采集之前再用自来水、蒸馏水清洗数次。为防止采集到的样品发生水解或吸附，可加1%（V/V）的高纯 HNO_3，若无高纯的 HNO_3，可加0.1%（V/V）的优级 HNO_3，通常洁净的水可在冰箱中保存7天，最多可保存6个月。轻度污染的水可保存48h，而重度污染的水只能保存12h。

4.1.1　水样的采集和保存　取样前，要决定需要分析哪部分金属（可过滤、不可过滤、总的或酸可提取的）。这将部分地决定水样酸化前是否需要过滤和采用哪种方法消化水样。

取样和水样贮存过程中都可能引入严重的误差。误差来源有：(a) 取样器造成的污染；(b) 采样容器中前次样品的残留物未彻底清除；(c) 没有按要求适当地酸化水样，致使金属吸附在采样容器上，或沉积在采样容器中造成损失。采样容器最好由石英或聚四氟乙烯制成，但造价昂贵，一般用塑料瓶（桶）。分析银的水样要在棕色的容器中贮存。

采集自来水及具有抽水设备的井水时，应先放水数分钟，使积留于水管中的杂质流去，然后将水样收集于容器中。采集无抽水设备的井水或从江、河、湖和水库等地面水水源采水时，要将采样器浸入水中，使其口位于水面下20~30cm，然后拉开容器塞使水进入容器中。

4.1.2　采集水样的体积　采集水样的体积根据欲测项目多少而定，一般采集2~3升可满足分析要求。

采集水样后，立即用浓 HNO_3 酸化到 pH>2 以后保存。短期保存的水样一般每升水样加1.5mL浓 HNO_3［每升水样加入3mL（1+1）HNO_3］就足够了。对于缓冲容量大的水样增加酸的用量。

水样酸化后，在4℃的冰箱中贮存，以防止蒸发所造成的体积变化。在该条件下，金属浓度为数mg/L的水样在6个月以内是稳定的。对金属浓度为μg/L级的样品，采样后，应尽快进行分析。

分析汞的水样，其另一种保存方法是每升水样中加2ml 20%（m/v）$K_2Cr_2O_7$ 溶液［用（1+1）HNO_3 配制］。水样贮存在未受汞污染冰箱中。

4.1.3　水样的预处理

可溶性金属的预处理　可溶性金属即未酸化水样中能通过0.45μm滤膜的金属成份。采样后立即用0.45μm的滤膜过滤水样。滤膜先浸泡在0.5mol/L　HCl中，使用前用去离子水洗净。过滤时用最初的100mL水样洗涤滤器，先弃去此水样，然后收集过滤的水样至所需要的体积，用浓硝酸酸化至 pH<2。如水样缓冲能力较强，必须多加硝酸。

悬浮性金属的预处理　未酸化水样中能被0.45μm滤膜阻留的金属成份。采样后将样品混匀，用0.45μm滤膜过滤，取样量根据样品中金属含量而定（一般过滤100mL水样即可），记录取样量，将滤膜与悬浮物移入100mL三角烧瓶中，按总金属测定的方法消化样品。

酸可提取金属的预处理　因可提取金属轻微地吸附在颗粒物上，只有严格控制条件才能得到有意义的和可重视的结果。取样时，按每升水样加5mL　HNO_3 的用量酸化全部水样。制备水样时，先将水样彻底混匀，取100mL转移到烧杯或烧瓶中，然后加入5mL（1+1）高纯HCl。在蒸气浴上加热15min。用0.45

微米孔径的滤膜过滤，用水将滤液体积调到 100mL，然后分析。结果表示酸可提取的金属。

总金属的测定　均匀的水样经酸处理后测定金属总量，即可溶性金属与悬浮性金属总合。

（1）HNO_3 消解法　混匀水样，然后量取适量水样（50～100mL）放入烧杯。加 5mL 浓 HNO_3。在电热板上使水样保持微沸状态，蒸发到尽可能小的体积（大约 15～20mL），但不得出现沉淀和析出盐分。加入 5mL 浓 HNO_3，盖上玻璃表面皿，加热样品使之发生缓慢迴流。继续加热，必要时加入浓 HNO_3 直到消解完全，此时溶液清澈而呈浅色。

加入 1～2mL　HNO_3，微微加热以溶解剩余的残渣。用水冲洗烧杯壁和玻璃表皿，然后过滤。将滤液转移到 100mL 容量瓶中，用水洗涤滤瓶两次，每次 5mL，洗涤液加到同一容量瓶中。冷却，稀释到刻度，然后彻底混匀。取出若干份溶液分析。

（2）HNO_3-HClO_4 消解法　取混匀水样适量（25～50mL）于 150mL 锥形瓶中，加 HNO_3　5mL，加玻璃珠数粒。在电砂浴（或电热板）上加热蒸发至 15mL 左右，放冷，加 HCl　2mL，$HClO_4$ 1～2mL，瓶口置一小漏斗，继续加热至消化完全。必要时可反复加 HNO_3，加热至消化完全。冷却后，加去离子水约 20mL，煮沸，使可溶性盐溶解。按照前述方法用玻璃砂芯漏斗过滤，用去离子水洗涤锥形瓶和滤器，合并滤液与洗涤液并定容至一定体积，待测定。同时做试剂空白。

由于 $HClO_4$ 与有机物的混合物加热时可能发生爆炸，特别是含有羟基的化合物或与 $HClO_4$ 生成的酯，在蒸干时会发生爆炸，应注意。

（3）$HNO_3-H_2O_2$ 消解法　取混匀水样适量（25～50mL），于 150mL 锥形瓶中，加 5mL 浓 HNO_3，加玻璃珠数粒，在电砂浴（或电热板）上加热浓缩至约 15mL，滴加 30%　H_2O_2，如此反复滴加 H_2O_2 直到消解完全。冷却后，加水约 20mL，加热使可溶性盐溶解。按照前述方法用玻璃砂芯漏斗过滤。用去离子水洗涤锥形瓶和滤器，合并滤液与洗液，并定容至一定体积，待测定。同时做试剂空白。

以上几种消化方法处理水样，如果有多量的硫酸盐残渣，应加 5～10mL　50%　乙酸铵于锥形瓶内，加热使硫酸盐溶解，趁热过滤，合并滤液与洗涤液，定容一定体积，待测定。

对于微量金属的测定，应严防污染与丢失，因此，在操作中要特别注意。所用玻璃仪器均需用 1＋3 HNO_3 浸泡 24h，然后用去离子水冲洗干净。

（4）干灰化法　将适量水样置于铂金或高硅玻璃蒸发皿中，在蒸气浴上蒸干。将蒸发皿转移到马弗炉中，把样烧成白灰。如果需要测定挥发性元素，炉温要保持在 400～450℃。如果只测钠，灰化样品的温度可高达 600℃。将样品灰溶解在最少量的浓 HNO_3 和温水中。过滤稀释的样品，调到已知体积，最终的 HNO_3 浓度最好是 1%左右。

水样中痕量金属元素的浓缩和富集　水样中痕量元素的分析，如果没有良好的富集分离方法，就很难进行。常用的富集分离方法有共沉淀法、离子交换法、萃取法等，它们各有所长。现重点介绍巯基棉共沉淀富集分离方法。

巯基棉富集分离法　棉纤维是一种亲水性强而又不溶于水，廉价易得的天然高分子化合物（含纤维素 95%～97%），它的每个结构单元含一个伯基和两个仲羟基，可与多种无机及有机酸发生酯化反应。

巯基棉就是纤维素的羟基和巯基乙酸的羧基之间的多相酯化反应，将巯基接在纤维大的分子上，而制成的巯基型螯合离子交换纤维。

巯基棉对水中多种金属和某些非金属离子的定量吸附作用是在固-液两相间选择性很强的化学吸附作用，它主要借助于巯基官能团对离子较强的亲和能力。由于溶液中有其它配位基，巯基本身还原性较强，巯基棉上还存在羟基，少量的醛基和羧基等，所以巯基棉的吸附反应是比较复杂的，它包括氧化还原、络合、螯合及简单离子交换等多种化学反应。并随吸附介质、元素种类、形态而异。

巯基棉能吸附 19 种元素，水样中痕量 Cd、Cu、Zn、Pb、Hg、甲基汞、As、Se、Te、Ti、Co 等元素均可采用本法富集分离。

（1）巯基棉的制备　于广口瓶中，依次加入巯基乙酸（优级纯）100mL，乙酐 60mL，乙酸（36%）40mL，H_2SO_4　0.3mL，充分混匀，冷却至室温，加入 30g 脱脂棉，浸泡完全，待反应热散去后（必要时可用冷水冷却）加盖置于 39 ± 0.5℃烘干箱中，3 昼夜后取出，用滤器抽滤，用去离子水充分淋洗至中性，于 30℃晾干（最好减压干燥），密闭于冷暗处保存，待用。

（2）巯基棉管　长 10cm，内径 6～8mm，一端拉细的玻璃管，内装 0.1g 巯基棉。

（3）富集分离方法　取水样 200～1000mL 置于分液漏斗中（如需富集大量水样可在塑料桶中，放虹吸管），调至适当的酸度（必要时加还原剂或其它试剂），将巯基棉管连接在分液漏斗的下端，以适当的流速使水样通过巯基棉管，待流完后用 30mL 去离子水分三次淋洗分液漏斗，洗液同样通过巯基棉管，取下巯基棉管，用玻璃棒压，洗耳球吹，尽量除去巯基棉的水份。分三次加洗脱剂，洗脱被吸附的金属元素，洗脱液流入比色管中，定容待测定，标准溶液同样处理。具体吸附与洗脱条件见表 10-1，表 10-2。

表 10-1　金属元素富集分离与洗脱条件

元素	巯基棉吸附条件	洗脱条件	适合的测定方法
Cd^{2+}、Cu^{2+}、Pb^{2+}、Zn^{2+}	pH　7，5 mL/min	8℃，12 mol/L HCl 4 mL 分三次洗脱，定容至 10.0 mL	火焰原子吸收法
Co^{2+}、Ni^{2+}	每升水加 10 mL 1%　$Na_2S_2O_3$ 和 20 mL 1% NH_4Cl-NH_4OH（pH 9.0～9.5）； pH 8.5～9.0（淡水） pH 9.0～9.5（海水）	2 mL 0.2 mol/L HCl 分二次洗脱定容至 10.00 mL	火焰原子吸收法
CH_3Hg^+ Hg^{2+}	pH 3，10 mL/min	先用 2 mol/L HCl 分三次洗脱，加 3 mL 40% NaOH 定容至 10.0 mL，再用 NaCl（饱和的）6 mol/L　HCl 3mL 分三次洗脱，定容至 10.0 mL	冷原子吸收法

表 10-2　砷、锑、硒富集分离和洗脱条件

		锑	砷	硒
低价态吸附条件	水样酸度	pH 6～7	1 mol/L HCl	0.1 mol/L HCl
	流速	10 mL/min	2 mL/min	4 mL/min
高价态还原条件	酸度	0.3 mol/L HCl	1 mol/L HCl	0.1 mol/L HCl
	还原剂用量及操作	加 KI 至 0.1%，硫脲至 0.02%，室温放置 20min	加 KI 至 0.20%，硫脲至 0.02%，室温放置 30min	加 $TiCl_3$ 至 0.1%，室温还原 10min 后，加 H_2O_2 至 0.1%，室温放置 5min
洗脱条件		用 3 mL 热的 HCl 分三次洗脱，定容至 25.0 mL	用 3 mL 热的 HCl 分三次洗脱，定容至 25.00 mL	取出脱脂棉放入 25 mL 比色管中，加 3 mL　HCl，于沸水浴加热 3min，定容至 25.0 mL

水样调酸度后巯基棉富集、洗脱，流出液经还原，再巯基棉富集、洗脱，可分别用氢化物发生原子吸收光谱法测定低、高价态锑、砷、硒。

水样先酸化，还原后巯基棉富集、洗脱，用氢化物发生原子吸收光谱法测定总锑、砷、硒。

分析海水、盐湖水等基体复杂的水样时。为提高测定灵敏度，经常萃取分离后才能进行测定，对于痕量元素则需采用氢化物发生或石墨炉法进行测定。

4.2　大气：

大气（Ag、Cd、Cu、Pb、Co、Ni、Mo、Mn、V、Sn、Al、Ar、Sb、Ti、Ba、Si、Se、Sr）

GFAAS、FAAS 法[1]

采样：用整齐重叠的两层聚氯乙烯滤膜（直径 90mm，有效直径 80mm）作载体采样（上层称采样膜，下层称衬膜，下同），用 KB－120 型采样器采样。采样流量为 120L/min，采样体积为 $4M^3$。采样时间，密闭空间连续 12 天，每天采样一次，每次 6－7h，共采样 12 个。

试样处理方法：根据气溶胶的性质不同，分别采用干灰化法和湿灰化法处理，对于干法处理易于挥发损失的元素，如 Se 等采用湿法处理，其它元素用干法处理。

1）干法处理：取 1/4 张采样膜、衬膜和空白膜，分别置于三只铂坩埚中，各加入 0.7% H_2SO_4 5mL，用玻璃棒挤压，搅拌，使滤膜充分润湿，浸泡 1h，，移至电热板上小心蒸干，完全炭化，将铂坩埚移入马弗炉中，于 400±10℃保持约 4h，至有机物完全灰化，待炉温降至 300℃左右取出，冷至室温。在铂坩埚中加 0.5mL　HF，摇动溶解残渣，小心蒸干，加 0.5mL HNO_3 缓慢蒸干，用 0.2%　HNO_3 温热溶解盐类，冷至室温，定量转入 25.0mL 容量瓶中，用 0.2%　HNO_3 定容，待测。

2）湿法处理：取 1/4 张采样膜、衬膜和空白膜，分别置于三只合适的玻璃烧杯中，各加 5mL HNO_3，用玻璃棒挤压，搅拌，使滤膜充分润湿，浸泡约 1h；在 80℃左右蒸至近干；加 3% HCl 5mL，温热溶解盐类，冷至室温，定量转入 25.0mL 容量瓶中，用 3% HCl 定容，待测。

大气（Pb）

FAAS 法[2]

采用吡咯烷二硫代甲酸铵纤维素填充小柱法采集测定大气中 Pb。

将适量（约 0.200g）吡咯烷二硫代甲酸铵纤维素松紧适度（溶液滴上后无明显气泡）地装入内径为 0.8－0.9cm 的空气采样机的玻璃吸附管内，以调节好的吸附 Pb 的最佳 pH（pH＝5）的溶液使吡咯烷二硫代甲酸铵纤维素在测定过程中保持润湿状态，在采气体流速为 1.5L/min 时收集气体，收集完毕后，小心地将吸附管取下，并将采样后的吡咯烷二硫代甲酸铵纤维素取出，用总量为 25.0mL　1.5mol/L　HNO_3 分次洗涤，每次用量应在 10mL 左右，将洗出液定容于 25.0mL 容量瓶中，摇匀，用石墨炉原子吸收法测定。

空气、废气（Pb）

FAAS 法

铅尘：使用大气采样器，将微化滤膜放入采样夹中拧紧，在各采样夹，以 50～150　L/min 的流量，分别采样 20～$40M^3$，记录采样时的温度、压力。

铅烟：使用烟尘测试仪，用超细玻璃纤维无胶滤筒，以 20L/min 流量对排烟道采样 10～30min。当温度大于 400℃时，铅呈气态存在，应将废气导出管道外，使温度降至 400℃以下，用采样头采样，温度＜400℃时在管道内采样。

将采集来的含尘滤膜用铅烟滤筒分别放入 250mL 锥形瓶中，加入 50mL　HNO_3（1＋1），15mL　H_2O_2（30%），插入一小漏斗，在电热板上微沸 2h（1h 后再小心滴加 5mL H_2O_2），冷却后抽滤，滤液移入聚四氟乙烯塑料烧杯中，放在砂浴上微沸蒸干。冷却后再重新加入 5mL HNO_3－$HClO_4$ 混酸（1＋1），砂浴保持约 200℃，直到白烟冒尽，消解完全后用 0.01mol/L　HNO_3 溶液提取，定容到 100mL[①]，摇匀待测，同时做平

衡空白②。

注：①对于消解液试验了①HNO_3 ②HNO_3 + H_2O_2 ③ HNO_3 + H_2SO_4 + H_2O_2 ④HNO_3 + $HClO_4$ 四种酸系列并作了比较，结果表明④HNO_3 + $HClO_4$ 溶解效果好。

②试验应使用无铅重蒸馏水，并尽量选用优级纯试剂，以降低空白值。

大气气溶胶（Ca、Al、Mg、K、Na、Mn、Fe、Sr、P、Zn）

ICP－AES 法[3]

将在洁净实验室内浸泡并已清洗好的 Nucl－epere 滤膜装在探头上，用 KB－120 型大气采样器，以 120 L/min 的流速在不同地点采集大气气溶胶样品，每个样品采集 10 h。试样连同滤膜在＜50℃ 烘干，称重，然后置于聚四氟乙烯密封罐中，用 HNO_3 和 $HClO_4$ 于 120℃消化 24 h，开盖蒸至近干，再用 HNO_3 和 HF 于 140℃ 消化 12 h，蒸干后，制成 10%HNO_3试样溶液，进行 ICP－AES 测定。

大气粉尘（Cd）

高压溶样－GFAAS 法[4]

对粉灰（土壤、河底泥）样品，采用高压罐分解法。称取 0.100～0.200g 样品置于聚四氟乙烯罐内，分别加入浓 HNO_3、$HClO_4$ 和 HF 各 1mL，加盖后，置于不锈钢外壳内，将盖拧紧。在 180－190℃下恒温消解 6－7h，取下冷至室温，打开不锈钢外套，取出聚四氟乙烯罐，敞口在电热板上加热至近干，以 0.01mol/L 的 HNO_3 溶解，转移至 25.0mL 容量瓶中，用 0.01mol/L HNO_3 定容，摇匀备用。

上述予处理方法尚可用于桃叶和牛肝样品，只是称取 0.200g 样品置于聚四氟乙烯罐内之后加入 HNO_3 和 HCl 各 1.5mL，放置过夜，然后再放入不锈钢外套中，以下分解过程同土壤（第 3 章）。

大气粉尘（Zn）

光度法快速测定[5]

样品采集镀锌车间，用真空泵抽吸气体粉尘 30min。抽气速度为 36 L/min（用巯基棉作吸收滤膜）。取出巯基棉（0.1g）放入锥形瓶中，加入 1mL 消化液①，蒸干，用小滴管吸取热水，反复多次溶解并洗涤锥形瓶，转入 100mL 容量瓶中定容，混匀。

吸取样品溶液 1.0mL 于 10mL 比色管中，依次加入氨性缓冲溶液②2mL，β－DTCPA 1mL③六偏磷酸钠（2%）1mL 摇匀，再加入 1g epalco－880［30%乙醇（1＋10）溶液］1mL 3.5－二溴－PADAP 1mL，用水稀至刻度，摇匀，放置 10min，在波长 570nm 处测定吸光度。

注：①消化液：HNO_3 + $HClO_4$ = 3 + 1

②氨性缓冲液：NH_4Cl－$NH_3 \cdot H_2O$ pH = 10

③ β—DTCPA 溶液：氨基丙酸铵溶液，4%。

大气（间苯二酚）

紫外分光光度法[6]

样品采集：样品采集是大气样品测定的重要环节，直接影响测定结果的真实性、可靠性。鉴于大气中间苯二酚以气溶胶或蒸气形式存在，采用硅胶加滤膜作为阻留、吸附介质。以 6 L/min 抽气采样器连续采样数分钟。

样品制备和样品测定：采样后立即将采样管中的硅胶和滤膜小心取出置于具塞磨口试管中，加入 10mL 乙醇，摇动 10min，离心，取上层清液，用 1cm 石英比色皿比色，乙醇调节零点①。

注：①干扰实验：均通过在相同浓度标样中加与不加待测干扰物的样品分析及空白测定进行干扰实验。烟尘样品均经离心分离，取上层清液进行分析。

4.3 水

水（Ag）

FAAS 法[7]

取 50.0mL 均匀样品置于 150mL 烧杯中，如含银浓度大于 5mg/L，可适量少取样品，加水至 50.0mL。①

在上述试样中，依次加入 10mL HNO_3，1mL H_2SO_4，1mL H_2O_2，在电热板上蒸至冒白烟。冷却后，加入 2mL $HClO_4$，加盖表面皿，继续加热至冒白烟并蒸至近干②，冷却后，加 HNO_3（1+1）溶液 2mL 溶解残渣，然后小心用水洗入 50.0mL 容量瓶中，稀释至标线，摇匀，备测。③④

注：①采用聚乙烯容器贮存样品，用 HNO_3 将水样酸化至 pH=2，并尽快分析。

②试样在消解过程中不宜蒸干，否则银有损失。

③当样品成分复杂，含有机质较多或有沉淀时，应用 HNO_3 – $HClO_4$ 反复消解几次，直至溶液澄清为止。

④有沉淀或悬浮物的样品，如胶片洗印废水等，应尽量取均匀试样制备试料。

水（Al）

FAAS 法[8]

取 100mL 水样于 250mL 烧杯中，加入 5mL HNO_3，置于电热板上消化，待溶液剩余约 10mL 左右，加入 5mL 20g/L H_3BO_3 溶液，消化 10min，取下稍冷，加 10mL 50g/L 抗坏血酸，转至 100mL 容量瓶中定容。分取上述溶液 10 – 30mL①于 50mL 比色管中，以后加入 1 滴百里香酚兰指示剂，用 7mol/L $NH_3 \cdot H_2O$ 调至刚刚变黄，依次加入 5mL pH=4.5 的 HAc – NaAc②缓冲液，5mL 950g/L 乙醇，1mL 1g/L PAN，5mL Cu^{2+} – EDTA③溶液，用水定容至刻度，摇匀，在 80℃水浴中加热 10min，冷却至室温。用 10mL 氯仿萃取 1min，静置分层后，测定水相中 Cu 的吸光度，以该吸光度对 Al 的浓度作曲线，计算出 Al 的含量。

注：①控制 $Al^{3+} \leqslant 50\mu g$

②在 HAc – NaAc 缓冲溶液（pH=4.5）中，1 –（2 – 吡啶偶氮）– 2 – 萘酸 PAN – Al^{3+} 与 Cu^{2+} – EDTA 发生定量交换，用氯仿萃取 Cu^{2+} – PAN 通过测定水相中的 Cu^{2+}，间接测定 Al^{3+}。

③Cu^{2+} – EDTA 溶液的配制。吸取 50mL 0.001mol/L EDTA 溶液于 250mL 锥形瓶中，加 5mL HAc – NaAc 缓冲溶液（pH=4.5），5 滴 1g/L PAN 乙醇溶液，加热至 60 – 70℃，用 0.1g/L Cu^{2+} 溶液滴定，至颜色由黄变紫红，过量 3 滴，待冷至室温后用 20mL 氯仿萃取，弃去有机相，水相即为 Cu^{2+} – EDTA 溶液。

水（Al、As、Cd、Cr、Cu、Fe、Mn、Ni、Pb、Zn）

GFAAS 法[9]

样品处理分析：

①测定金属总量：将收集来的未经过滤的水样，用 HNO_3（1+1）配制成 pH≈2 的溶液。若有悬浮物质时，取适量体积样品放入 250mL 高型烧杯中，加入 HNO_3 和 HCl 处理，详见本节③。

②测定溶解状态金属。将收集到的、未经存放的水样，通过 0.45μ 薄膜过滤器过滤。用 HNO_3（1+1）（水样约需 3mL）酸化滤液到 pH≈2。立即测定。如果不能马上分析，可加入浓 HCl（每升 25mL）使其稳定存放备用。

③测定悬浮状金属。将收集到的、未经存放的的新鲜水样通过 0.45μ 薄膜过滤器，并记录滤液的体积。将薄膜过滤器置于 250mL 高型烧杯中，加 3mL HNO_3，盖上表面皿，缓慢加热。完全分解后升温、蒸干，冷却后加 3mL HNO_3 加热溶解残渣，再加热蒸干，残渣应呈淡色，否则还需用酸处理。在冷干渣上加 2mL HCl（1+1）加热溶解，转移至适当体积的容量瓶中用水稀释至刻度，摇匀，按仪器条件进行测定①。

说明：①测定 As 时必须加入等体积 Ni（1mg/mL）作基体改进剂，才能得到可靠的结果。

水（Al）

主次波长分光光度法[10]

量取 40.0mL 水样于比色管中，加 1 滴 1% 对硝基酚指示液，如变黄色则滴加 HCl（1+11）溶液，使黄色刚好褪去。加入 2mL 1%硫代乙醇酸溶液，混匀后加入 5.0mL 铝试剂（10.0mg/L）缓冲液，混匀立即放入沸水浴中准确加热 15min，立即用冷水冷却至 20℃－25℃，加水至 50.0mL 刻度。混匀后，以试剂空白为参比分别在 525nm、560nm 两波长下测定吸光度。

水（Al）

BPR 分光光度法[11]

取水样 1 L 过滤后加 HCl（1+1）酸化，蒸发至 60mL 左右，调 pH 值于 1－2 左右，煮沸几分钟冷却后定容于 100mL 容量瓶中，摇匀，待用。

取上述浓缩样 10.0mL 于 25mL 比色管中，加抗坏血酸溶液 1.5mL①，BPR 溶液 1mL②，CTMAB 溶液 1.5mL③，Triton X－100 溶液 1mL④，缓冲溶液 5mL⑤（pH 6.2），用水稀释至刻度，摇匀，室温下放置 30min，以空白为参比，用 1cm 比色皿，于 610nm 波长下测定吸光度。

注：①抗坏血酸溶液：200g/L（现用现配）

②BPR 溶液：先用适量乙醇溶解，再用水配成 0.5g/L

③CTMAB 溶液：2×10^{-3}mol/L

④Triton X－100 溶液：50g/L

⑤缓冲溶液（乙酸－乙酸钠）：在 2mol/L 乙酸钠溶液中的加乙酸，使酸度达到 pH 6.2。

水（As）

GFAAS 法[12]

环境水按常规处理后，将 50mL 在 1 mol/L HCl 介质中的含 As 溶液，倒入 70mL 用作 As 发生器的试管中，再把含有 2.5mL 碘捕集液①和 100μL Ni 基体改进剂的 4 英寸试管连接到发生器的接收端，并在 2min 以上的时间内，用注射器加入 2mL $NaBH_4$，外加 4min 捕集 AsH_3 气体，用去离子水 2.5mL 淋洗管子接头，使最终溶液体积到 5.0mL，取 10μL 的这种溶液加入到石墨炉中进行测定。

注：①用碘捕集液是可以富集 As，提高分析的灵敏度。

水（As）

HG－AAS 法[13]

取水样 250mL，电热板上蒸至 10mL 左右，加 0.5mL 5% KI，0.5mL HCl，冷却后移入 25.0mL 容量瓶中，以水稀至刻度，放置 24h，备用，地下水含 As 稍高，可直接进行测定。

水（As）

AES 法[14]

视样品中含砷量，取 5 – 50mL 样品于 100mL 烧杯中，加入 0.5g $Mg(NO_3)_2 \cdot 6H_2O$，15mL HNO_3，5mL H_2SO_4 加盖，于水浴上小火加热至大量 NO_2 烟冒尽停止加热，待反应平稳后，继续加热消解至冒 SO_3 白烟，此时溶液呈白色或绿色。去盖加热挥发至 $MgSO_4$ 晶体析出，蒸干，冷却，加入 5mL　0.5mol/L　HCl，加热溶解后，移入反应瓶中，备用。

水（B）

间接 FAAS 法[15]

取一定量的硼酸放入塑料瓶中，滴加 6 滴 HF，在沸水浴中加热 20min。冷却至室温，用 NaOH 调节 pH 值在 4 ~ 5 左右，倒入 60mL 分液漏斗中，加入 3.00mL 邻二氮菲银溶液①和 3mL 缓冲液②，定容至 10.0mL，摇匀 1min。加入 5.0mL MIBK，充分振荡 4min，放置 15min 后分相。有机相直接进样，用火焰原子吸收法测定 Ag，间接求出 B 的含量 。

注：①邻二氮菲银溶液：配制 200μg/mL 的溶液贮存于棕色瓶中。

②缓冲液：$KH_2PO_4 - Na_2HPO_4$　pH 为 4.7。

水（Be）

GFAAS 法（高压溶样）[16]

水样：加入 1% HNO_3 酸化。

水系沉积物：称取 0.200g 样品置于内装聚四氟乙烯坩埚的高压罐中，加 1mL HF 和 5mL HNO_3，加盖，于 180℃ 烘箱中加热 5 h。冷却后取出聚四氟乙烯坩埚，加热以 HNO_3 赶除 HF，然后用水转移至 50.0 mL 容量瓶中定容。

水（Cr、Ni）

富集 – FAAS 法[17]

采集的水样为济南小清河河水（1 号样），东郊浑浊河水（2 号样）和市内自来水（3 号样）。前两个样品先用 0.45μm 滤膜过滤，样品中可溶的的铬、镍可通过，而水中悬浮态的铬、镍与其它杂质则留在过滤膜上，再用 1mol/L 硝酸浸泡出来，合并到过滤液中待用。

称取已烘干的脱脂棉 4g 备用，取硫代乙醇酸 20mL，乙酸酐 12mL，乙酸 5mL，氢硫酸 3mL，在 500mL 烧杯中迅速混匀，倒入 500mL 棕色广口瓶中，立即放入已烘干的巯基棉。然后将广口瓶放入 30℃恒温水浴中避光进行反应 72h 后，取出巯基棉，用蒸馏水或去离子水冲洗至中性，挤干残存水后放入恒温箱中，温度控制在 50℃左右，烘干后取出，放入棕色广口瓶中避光保存，备用①。

注：①取 0.1g 已制备好的巯基棉装入巯基棉管中，取试液 400mL，分几次装入 25mL 滴液漏斗中，把装有水样的滴液漏斗夹在巯基棉管上方。以 10mL/min 的流速流过巯基棉。在巯基棉管滴头下方接一烧杯，当水样流完后，把流过的水样再倒入滴液漏斗中，再一次流过巯基棉，使其充分吸附。此时水样中的待测离子已完全被巯基棉吸附。6 份水样均按此法进行吸附。

水（Cu、Pb、Cd）

微量进样 – FAAS 法[18]

量取 250mL 水样于 500mL 梨形分液漏斗中，加入 2.5mL 200g/L　$Mg(NO_3)_2$ 滴加 2.5mL 200g/L　NaOH

溶液，振荡 1min 使之充分反应。放出漏斗下部至刻度离心管中，离心，弃去上层清液，将沉淀溶于 0.5mL HNO_3 中，用去离子水稀释至 10.0 mL，摇匀，待测。采用 $Mg(OH)_2$ 共沉淀富集后用微量进样 - FAAS 测定，进样量为 200μL。

水（Fe、Mn）

FAAS 法

采样前，所用聚乙烯瓶先用洗涤剂洗净，再用 HNO_3 浸泡 24 h 以上，然后用水冲洗干净。

若仅测定可过滤态铁、锰，样品采集后尽快通过 0.45μm 滤膜过滤，并立即加 HNO_3 酸化滤液，使 pH 为 1～2。

测定铁、锰总量时，样品通常需要消解。混匀后分取适量实验室样品于烧杯中。每 100mL 水样加 5mL HNO_3，置于电热板上在近沸状态下将样品蒸至近干，冷却后再加入 HNO_3 重复上述步骤一次。必要时再加入 HNO_3 或 $HClO_4$，直至消解完全，应蒸近干，加 HCl（1 + 99）溶解残渣，若有沉淀，用定量滤纸滤入 50.0mL 容量瓶中，加氯化钙溶液 10.0g/L 1mL，以 HCl（1 + 99）稀释至标线。

空白实验：用水代替试样做空白实验。采用相同的步骤，且与采样和测定中所用的试剂用量相同，在测定样品的同时，测定空白。

水（Hg）

HG - AAS 法[19]

取清洁水样 17.5mL 于 50.0mL 容量瓶中，加入 2.5mL HCl 定容至刻度，摇匀备用。一般水样取 50mL 于 100mL 三角烧瓶中，加入 1.5mL H_2SO_4、1.5mL HNO_3（1 + 1）、4.0mL 5% $KMnO_4$、4.0mL 5% $K_2S_2O_7$，插入小漏斗，于水浴中在 80℃下加热近 1 h 后，用 20% 盐酸羟胺溶液还原过剩的氧化剂，然后继续蒸至近干，用 10% HCl 赶两次，定容 100mL，摇匀备用。

中成药样：称取 80℃干燥恒重的中成药样 0.400g 于 50mL 聚四氟乙烯烧杯中，加入 1mL 混酸（$HNO_3 + H_2SO_4 = 4 + 1$），1mL H_2O_2 置微波炉中消化 30min 后取出，移至 50.0mL 容量瓶中，稀释至刻度，摇匀备用。将此溶液 5.0mL 于气态原子化装置反应瓶中，加盖，加还原剂 $NaBH_4$ 2mL（0.3%），通空气，将汞蒸气载入吸收池中，用 FAAS 测定。

水（Ni）

丁二酮肟分光光度法[20]

采样后，立即加入 HNO_3 使水样的 pH 值为 1～2。取样品适量（含镍量不得超过 100μg）于烧杯中，加入 0.5 mL HNO_3，置烧杯于电热板上，在近沸状态下蒸发至近干，冷却后，再加 0.5mL HNO_3 和 0.5mL $HClO_4$ 继续加热消解，蒸发至近干。冷却后，用 HNO_3（1 + 99）（V/V）溶解，若溶液仍不清澈，则重复上述操作，直至溶液清澈为止。将溶解液转移到 25.0mL 容量瓶中，用少量水冲洗烧杯，溶液体积不宜超过 1.5mL，按①制备试料。于试料中加 1mL 碘溶液 0.05mol/L，加水至 20mL，摇匀②，加 2mL 丁二酮肟溶液 5g/L，摇匀。加 2mL Na_2 - EDTA 溶液③，加水至标线，摇匀。

注：①取样品适量（含镍量不得超过 100μg），置于 25.0mL 容量瓶中，并用水稀释至约 10mL，用 NaOH 溶液 2mol/L 约 1mL 使呈中性，加 2mL 柠檬酸铵溶液（500g/L）。

②加入碘溶液后，必须加水至约 20mL 并摇匀，否则加入丁二酮肟后不能正常显色。

③必须在加入丁二酮肟溶液并摇匀后再加入 Na_2 - EDTA 溶液，否则将不显色。

水（Ni）

FAAS 法[21]

测定镍总量时，一般要进行消解处理。取适量水样（使含镍在 10 – 250μg）加 5mL HNO_3，置于电热板上在近沸状态下将样品蒸发近干。冷却后再加入 5mL　HNO_3，重复上述操作一次，必要时再加入 HNO_3 或者 $HClO_4$，直到消解完全。等蒸至近干，加 HNO_3（1 + 99）溶解残渣，若有不溶沉淀应通过定量滤纸过滤至 50.0mL 容量瓶中，加 HNO_3（1 + 99）至标线，摇匀。同时用水作空白实验。①②

校准曲线的绘制

用硝酸溶液（1 + 99）稀释标准工作溶液，移取 Ni 标准储备液，配制至少 5 个标准溶液，且试料的浓度应落在 0.2 ~ 5.0mg/L 范围内。按所选择的仪器工作参数调好仪器，用硝酸溶液（1 + 99）调零后，测量每份溶液的吸光度，绘制校准曲线。

注：①测定可滤态镍时，用制备的试料直接喷入测定。

②测定镍总量时，一般进行消解前处理，，用试料进行测定。

水（Se）

GFAAS 法[22]

用聚乙烯塑料瓶采集样品，分析 Se 的总量，采集后立即加 HNO_3 酸化至 pH 1 ~ 2。正常情况下，每 1000mL 样品加入 2mL HNO_3，常温下，可保存半年。

1、当分析溶解 Se 时，样品采集后立即用 0.5μm 滤膜过滤，滤液加 HNO_3，酸化至 pH1 ~ 2，储存于聚乙烯瓶中。

2、测量 Se 总量，若样品不需溶解，取适量试样按仪器最佳条件进行测定。

若试样需要消解，混匀后取出适量样品 30 ~ 200mL 置于 250mL 烧杯中，加入 5 ~ 10mL HNO_3 在电热板上加热蒸发至 1mL 左右。若试液混浊不清，颜色较深，再辅加 2mL HNO_3，继续消解至试液清澈透明，呈浅色或无色，蒸发至近干。取下稍冷，加和 20mL HNO_3（1 + 49），温热，溶解可溶性盐类，若出现沉淀，可用中速滤纸滤入 50.0mL 容量瓶中用水稀至核度。同时制备空白溶液①②。

注：①用 GFAAS 测定时，应确保空心阴极予热 1h 以上。

②此方法的检测限为 0.003mg/L，测定范围为 0.15 ~ 0.2mg/L。

水（Se）

荧光分光光度法[23]

本试验用 4 种消化方法，此 4 种预处理方法有：①$HNO_3 + HClO_4$（2.5 + 1）、②$HNO_3 + HClO_4 + H_2SO_4$、③$HNO_3 + HClO_4 + H_2O_2$（2.5 + 1 + 3）、④$HClO_4 + H_2SO_4 +$ $(NH_4)_2 Mo_2O_7 \cdot 4H_2O$（4mL + 3mL + 0.2g），同时作了回收试验，并以猪肝标样监控，试验表明用①$HNO_3 + HClO_4$ 预处理法为最好。

准确称取水样或标准溶液 10 – 20mL（含 Se≤150g）于 150mL 锥形瓶中，加 5.0mL $HNO_3 + HClO_4$（2.5 + 1）于低温电热板上加热约 30min 后，逐渐升温，消化至冒白烟 5min，取下冷却。转入 50mL 具塞比色管中，用水稀释至约 20mL，加 HCl 10mL，沸水浴 20min 后，取出冷至室温。加 2.0mL 2.5% EDTA，2 滴 0.02%甲酚红，用 HCl（1 + 1）和氨水（1 + 1）调 pH 至 1.5（此时溶液呈浅粉红色），移入暗室，加 3.0mL 0.1% DAN 溶液，摇匀，于 60℃水浴上加热 25min，取出迅速冷至室温。用 0.1mol/L HCl 稀释至 5mL，加 5.0mL 环已烷，加塞，振摇 2min，静置分层后，吸取上层环已烷相于 1cm 比色皿中，在激发波长 378nm，发射波长 520nm 处测定荧光强度①②。

注意：①一般消化水样（自来水，浏阳河水，井水，池塘水，土壤渗透水）消化液用 4 – 6mL 为宜。

若样品中有机物含量大，用量可增至 8 – 10mL，此时应注意冒烟时间以 5 – 6min 为宜，否则会引起 Se 的挥发损失。

②固体样品如茶叶、鸡蛋、猪肝、绿豆也可用此法消解，当样品量为 0.1 – 0.5g 时加入消解液以 10 – 12mL 为宜。

水（Sn）

FI – AAS 法[24]

在 200mL 烧杯中，放入 1mL HCl 及 5g 硼酸，加入 100mL 水样，放入磁力搅拌棒搅拌，使硼酸溶解，取下冷却后，加入 1mL 40% KI 溶液，放置 50min 后测定。

水（Pb）

HG – AAS 法[25]

样品采集时容器用玻璃瓶，按每升水样中加入 7mL HNO_3 保存。室内样品制备：取水样 100mL 于 250mL 三角烧杯中，加入 5mL HCl，2mL HNO_3、2mL $HClO_4$ 于电热板上消解至冒白烟，取下冷却，沿杯壁冲入 20mL 水加热溶解盐类，冷却后加入少量水及 2mL HCl，然后全部转入 100mL 容量瓶中，加入 2mL $H_2O_2$①，1mL 三乙醇胺，2.5 mL 酒石酸，以重蒸馏水水稀至刻度，摇匀备用。

连接氢化物发生装置，用 10mL 水洗涤反应瓶后，吸取 5.0mL Pb 标液（或样品溶液）于反应瓶中，加入 1mL 2‰ 重铬酸钾加盖，加入 2mL $NaBH_4$ 还原剂，通气，即可读取原子吸收值。

注：①H_2O_2 及重铬酸钾等氧化剂，使 Pb^{2+} 氧化成 Pb^{4+} 在 $NaBH_4$ 作用下生成新生态氢化合物 PbH_4。

水（Te^{6+}、Te^{4+}）

HG – AAS 法[26]

在 50.0mL 容量瓶中，加 10.0mL 水样后，加入 5mL 酒石酸混合溶液①，加入 3mL 5mol/L NaOH（分析纯）溶液，摇匀，加入 6mL 5%（W/V）KBH_4（内含 0.2% NaOH，8%硫脲），在 30 ~ 40℃下放置 30min，稀释至刻度。再放置 30min 测定 Te 总量。

在 50.0mL 容量瓶中，加 10.0mL 水样，加入 5mL 酒石酸混合液，加入 6mol/L HCl 25mL 稀释至刻度摇匀。

注：①酒石酸混合溶液：由 0.5%（W/V）酒石酸，1% HCl（V/V）、1%（W/V）柠檬酸、1%（W/V）磷酸氢二钠组成。

水（V）

催化光度法[27]

于两支 25 mL 比色管中，分别加入 2.5mL 柠檬酸溶液（0.2mol/L）、1.5mL $KBrO_3$（5m mol/L）、2.0mL 结晶紫溶液（0.1mol/L）；在其中一支比色管中继续加入 160 ng V 标准液，另一支不加。两支管均用水稀释至 25mL，摇匀，放入 100 ± 1℃的水浴锅中，准确（以秒计时间）加热 10 min，取出立即用流水冷却 3min。在 590nm 波长处，1cm 比色皿测定催化体系的吸光度值。

水（V）

GFAAS 法[28]

采集水样用聚乙烯塑料瓶。

(1) 分析溶解的金属：样品采集后立即用 0.45μm 滤膜过滤，滤液立即加入 HNO_3 酸化至 pH 1 ~ 2，正

常情况下，每 1000mL 水样加入 2mL HNO_3。

（2）分析金属总量时，若样品不需消解可取 10.0mL 水样直接进样用 GFAAS 测定。若样品需要消解，将水样混匀后取 100mL 置于 200mL 烧杯中，加入 5～10mL HNO_3，在电热板上加热煮沸，蒸发至 1mL 左右，若试液混浊不清，颜色较深，再补加 HNO_3 继续消解至试液清澈透明，呈浅色或无色，继续蒸发至近干，取下冷却加 20mL HNO_3（1＋49）温热溶解可溶性盐类，要出沉淀用中速滤纸滤入 50.0mL 容量瓶中，用水稀至标线。

空白溶液：取 100mL HNO_3（1＋49）代替试样置于 200mL 烧杯中，用 GFAAS 测定。

水（W）

分光光度法[29]

钨（Ⅵ）的分离富集方法：准确称取 100mg 活性炭于 100mL 小烧杯中，加入 3.0mL 8－羟基喹啉乙醇溶液及少量水，充分搅拌后，用稀盐酸调至 pH 2.5，用 G4 过滤坩埚抽滤，负载有 8－羟基喹啉的活性炭便被均匀地铺覆在 G4 过滤坩埚的底部。取 500mL 去离子水，分别加入 5～550μg 的钨（Ⅵ），混合均匀后，用稀盐酸调至 pH 2.5，通过上述活性炭层抽滤，控制过滤速度为 5mL/min，待抽滤完毕，用毛刷将活性炭刮下，用 20mL 去离子水将其冲入 100mL 小烧杯中，用稀的 NaOH 溶液将其调至 pH 9.0，放置 5min 后，用中速滤纸过滤，收集滤液于 50.0mL 容量瓶中，进行光度测定。

钨（Ⅵ）的测定方法：在 50.0mL 容量瓶中加入一定量的钨（Ⅵ）标准溶液（含钨 0～25μg），加入 4.0mL 盐酸溶液，1.5mL SAF 乙醇溶液，3.0mL CTMAB 溶液，用水稀释至刻度摇匀，放置 20min 后，在 516nm 波长处，以试剂空白溶液为参比，测定。

水（二乙烯三胺）

水杨醛分光光度法[30]

采集水样经澄清后，用 1.0 mol/L 硫酸调 pH 值为 7 左右，吸取水样 10.0mL 于 25mL 具塞比色管中，按下述方式配制标准并测定吸光度。从标准曲线上查得或按回归方程算出相应的二乙烯三胺含量。

分别吸取 0.00，0.50，1.00，1.50，2.00，2.50，3.00，4.00mL 二乙烯三胺标准溶液①，注入一组 25mL 的比色管中，加入水，水与二乙烯三胺标准溶液之体积和为 10.0mL。加入 NaOH 溶液②0.2mL，混匀后，加入水杨醛－乙醇溶液③1.5mL，充分振荡后放置 6min，加入硫酸钴溶液④0.2mL，充分振荡后，放置 4min，加入乙酸－乙酸钠缓冲溶液⑤2.0mL，摇匀后，用水稀释至标线。放置 10min 后，在分光光度计 390nm 处，以空白液为参比液，使用 3cm 比色皿测定吸光度。

注：①二乙烯三胺标准溶液：20μg/mL。

②氢氧化钠溶液：0.2g/100mL。

③水杨醛－乙醇溶液：取水杨醛（C_6H_4OHCHO）0.4mL 溶于 100mL 乙醇中，在暗处可保存三天。

④硫酸钴溶液：1g/100mL。

⑤乙酸－乙酸钠缓冲溶液：pH≈3.5。

雨雪（Ag）

萃取 GFAAS 法[31]

将采集的雨雪样品，立即按 0.1%（V/V）的量加入 HNO_3 酸化，然后置于阴凉处保存。量取酸化的雨、雪样品于 15mL 磨口试管中，用 0.5mol/L 氨水和稀 HNO_3（10%）调节 pH 3～4。加入 1mL APDC－MIBK 萃取溶液，盖严磨口塞，剧烈振荡 5min，静置分层，取有机相测定。

天然水（Au）

GFAAS 法[32]

用水样采集器吸取 5L 待测水样，经滤膜过滤器过滤，妥善保存滤膜。向滤过的水样中加入 20～30mL 6mol/L HCl 和 10～20mL 5%亚硫酸钠溶液，以 15～20mL/ min 的流速通过巯基棉管，相继用 2～3mL 6mol/L HCl 和水冲洗巯基棉，压挤并吹尽残水，妥善保存巯基棉。将滤膜低温炭化后，于高温炉 700℃下灰化完全，冷却后加 1mL 0.5% NaCl 溶液，5～10mL 王水，在水浴上蒸干，用 HCl 赶 HNO_3，用 20mL 1mol/L HCl 溶解并过滤，滤液通过巯基棉富集。将上述巯基棉吹尽残水，从管中取到 5mL 具塞试管里，加 2mL HCl，1 滴 HNO_3，于沸水浴中加热至溶液呈白色，冷却后定容至 5.0mL，用 1.0mL MIBK 萃取，用 GFAAS 测定萃取液中的痕量金。

天然水（Li）

直流 ICP－AES 法[33]

将天然水样取 10.0mL，加入含 K 100mg/mL 的 K_2CO_3 水溶液 0.5mL，摇匀后静置 4h，待沉淀完全后即可测定。

长江水（Pb、Cu、Cd）

巯基棉富集－FAAS 法[34]

取长江混合水样 500～1000mL 于 1000mL 烧杯中，加一滴 0.1% 对硝基酚，用 0.1mol/L NaOH 调至黄色，再用 0.1mol/L HCl 调至无色（若加 HNO_3 固定的样品，则先用 1mol/L NaOH 调）。倒入已装好巯基棉① 吸附柱的漏斗中，以 15mL/min 流速过柱，全部滤完后，取下吸附柱。在 15 天以内用 10.0mL 2mol/L HCl 以 1mL/min 的流速洗脱于 50.0mL 烧杯中，置于沸水浴上蒸至 0.5mL 左右，移入 10.0mL 容量瓶中，用水洗净烧杯，稀至刻度，摇匀待测。

注：①巯基棉的制备：取 30mL 硫代乙醇酸于 1000mL 磨口瓶中，加 210mL 乙酸酐，96mL 36% HAc，加 0.9mL 浓 H_2SO_4，30mL 蒸馏水，摇匀。称 90g 脱脂棉，分次放入瓶中，边加边搅，使脱脂棉完全浸在溶液中，置于 40℃培养箱中保暖 4 天，取出，在通风柜中先用自来水洗至无臭味，再用蒸馏水洗数次。压平，置于 40℃培养箱中烘干，放入棕色瓶中，低温保存备用。

河水、污水、自来水、人工湖水（Sb^{3+}、Sb^{5+}）

氢化物发生－原子荧光法[35]

河水、污水、自来水和人工湖水用 HNO_3（20%）处理后洗净的 1L 容量瓶的塑料瓶采取表层水，雨水用洁净的塑料盒或塑料桶在无污染的地方或屋顶面上接取。水样放置澄清后取上层清水。降雪在无污染区取上部干净层融化后待用，为了防止 Sb^{3+} 氧化故不应酸化水样。

Sb^{3+} 的测定：吸取水样 20.0mL 于 25mL 比色管中，滴加 3～4 滴 HCl，摇匀后加入 3mL 缓冲溶液①，以水稀至刻度，摇匀。吸取 5mL 于氢化物发生器中，用氢化物发生－原子荧光法测定 Sb^{3+}。

Sb^{5+} 的测定：吸取水样 20.0mL 于 25mL 比色管中，加入 4mL HCl，加 0.1g 抗坏血酸和 0.15g 硫脲，溶解加水稀释至刻度。摇匀放置 5min 后，取 5mL 用氢化物发生－原子荧光法测定总 Sb。Sb^{5+} = 总 Sb－Sb^{3+}②。

注：①缓冲溶液 pH = 5.0，取冰醋酸 60mL，加无水醋酸钠 160g。

②用此法尚可测定天然水，环境污染水中不同价态的 Sb。

海水（Pb、Cd）

GAAS 法[36]

取一定量海水样品注入 50.0mL 容量瓶中，加适量 HNO_3 后定容至刻度，备用。若海水样品需要浓缩时，可取 50.0mL 海水样品于 100mL 烧杯中，置电炉上蒸发至少量，加入适量 HNO_3 后，用超纯水定容，摇匀，备用。

海水、自来水、井水（Yb）

GFAAS 法[37]

水中 Yb 非常之低，故采用萃淋树脂富集 GFAAS 法测定。

于事先用 4 mol/L HNO_3 充分浸泡并洗净的塑料容器中，接取 10 L 至 20 L 水样。海水样取自山东青岛海洋表层水。用 2mol/L　HCl 酸化至 pH 2 - 2.5，取此水样 1000 mL。必要时用 G3 玻璃砂漏斗过滤以除去固体飘浮物。加 P507 萃淋树脂①，抗坏血酸及磺基水杨酸各 1g，不时搅动使其平衡 0.5h 以上。转移至玻璃贮存管中，在 1.5 kg/cm^2 压力下滤除水，并将树脂收集于下端填有玻璃毛的层析柱中，用 pH 1.0 的 HCl 溶液 50 mL 洗涤容量瓶及玻璃贮存管，移全部树脂至层析柱中，并可以洗涤一部份共存离子。按着用 50mL 4mol/L HCl 洗脱脂，收集前 25mL 洗脱液，蒸发浓缩至 5.00 mL，以钨钽石墨管原子吸收法测定水中超痕量镱。

注：P507 萃淋树脂，北京可产 120 - 200 目，200 - 280 目，P507 含量为 50%（W/W）。1L 水中加入 1g 萃淋树脂，可将 5ng 镱定量回收。

海水、淡水、卤水（Cd、Co、Cu、Fe）

FAAS 法[38]

取酸化水样 250mL 于 500mL 烧杯中，用 1mol/L $NH_3 \cdot H_2O$ 调 pH = 6，加 25mL pH = 6 的 HAc - NH_4Ac 缓冲液，用树脂柱①以 3mL/min 的流速进行交换流完后再加入 pH = 6 的缓冲液 30mL，以同样的流速进行清洗，然后用 2mol/L HNO_3 约 28mL，以同样的流速进行洗脱，将最初的 3mL 洗脱液弃去，用 25.0mL 容量瓶收集其余洗脱液至刻度摇匀，待测②。

注：①401 树脂过 100 目筛，去细粒，用 2mol/L HNO_3 浸泡 48h，用水洗至 pH = 6 并浸泡在蒸馏水中备用。

②淡水样可直接取样测定。

海水、淡水、卤水（Li）

FAAS 法[39]

取酸化水样或原水样①5.0mL 于 10mL 比色管中，根据样品中 K、Na②的含量补加 K、Na 至样品中含 K 2500mg/L 和 Na 2000mg/L，用水稀至刻度摇匀，待测③。

注：①对海水及卤水应稀释样品，使其 K、Na 分别控制在 K 2500mg/L，Na 2000mg/L。

②首先应测定样品中 K 及 Na 的含量。

③此样液可连续测定 Li、Rb、Cs 的含量。

海水、食盐（I）

ICP - AES 法[40]

取 50.0mL 样品溶液（碘离子 0.2 ~ 3.8μg）于 250mL 烧杯中，用 9mol/L 硫酸调节 pH 为 2.0，加入

0.2mL 饱和溴水，置入两粒玻璃珠加热至沸，待黄色消失后，继续加热 10min。加入 1.0mL 80% 甲酸加热 5min，以除去过量溴，再加入 0.3mL 80% 甲酸冷却至室温。加入 1.5 mL 0.003mol/L CTMAB 摇匀，加入 5.0mL 0.05% KI，充分混合后置于 处 5min。过滤，用 5mL 蒸馏水洗膜三次。将膜[①]和被测物一起溶于 5mL（0.1mL 3mol/L 硫酸酸化）乙二醇独甲醚中，搅拌溶解。以试剂空白为参比，1cm 比色皿于 365nm 处测定其吸光度。

注：①膜：硝化纤维素膜，直径 25mm，孔径 0.2 ~ 0.6μm，厚度：60 ~ 120μm。方法为可溶性滤膜富集分光光度法。

水、酒、海带提取液（Cl^-、I^-）

ICP – AES 间接测定 Cl^- 及 I^-[41]

水样：过滤除去悬浮物后，滴加几滴 HNO_3 进行酸化。

酒样：滴加几滴 HNO_3 分解有机物。

海带提取液：取干海带，用水洗净表面无机盐粒，低温烘干，称重 3.95g，加蒸馏水煮沸 10min，过滤得到提取液 380 mL，取其 100 mL，加入 20mL HNO_3（1 + 1），加热并蒸发至近干，用蒸馏水溶解，并定容至 100mL，取 5mL 作分析用。

取一定体积样品溶液于 50mL 烧杯中，在不断搅拌下加入已知过量的 Ag^+ 标准溶液，使混和物中 Cl^- 和 I^- 完全沉淀。若 Ag^+ 量不足，则溶液呈现混浊状，无明显沉淀产生。（当 I^- 在 1 – 25mg/L，Cl^- 在 10mg/L 内时，Ag^+ 浓度≥60mol/L，即可保证 Cl^- 和 I^- 完全被沉淀）。静置 4h，干过滤用 0.01mol/L HNO_3 洗涤，以除去胶体表面吸附的 Ag^+，滤液和洗涤液一并收集于 25.0mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀为待测液（Ⅰ）。用此液测定 Ag^+（过量）间接得到 Cl^- 和 I^- 的量。

用 3mol/L $NH_3 \cdot H_2O$ 将 AgCl 沉淀完全溶解，溶解液收集于容量瓶中，定容 25.0mL，摇匀，为待测液（Ⅱ）。用此液测定过量的 Ag^+ 量，间接得到 Cl^- 量用差减法得到 I^- 的含量。

4.4 废水

废水及清洁环境水样（As）

HG – AAS 法[42]

清洁环境水样：分取 20.0mL 水样于 50.0mL 容量瓶中，加入 4mL HCl，加入 KI 溶液，抗坏血酸溶液和硫脲溶液各 1mL，用水稀至刻度，摇匀。同时配制 As 浓度为 0 – 10μg/L 的标准溶液系列，放置 30min 后测定。

工业废水：取适量水样，加入 5mL HNO_3 和 0.5mL $HClO_4$，加热至冒烟，冷却，加入 10mL HCl（1 + 1）煮沸，趁热加入 1mL KI 溶液，冷却后移入 50.0mL 容量瓶中，加入抗坏血酸溶液和硫脲各 1mL，用水稀释至刻度，摇匀，同时配制 As 的标准溶液系列及空白，放置 30min 后测定。

废水和水（As）

快速光度法[43]

清洁的地表水和地下水可直接取样测定。其余的水和废水处理如下：取适量水样[①]于 250mL 烧杯中，加入 10mL 混酸[②]，置电热板上加热至近干。冷却后用 15mL 0.5mol/L HCl 溶解，再加热至沸。冷却后加入 20 – 30mg 抗坏血酸，用少量水冲洗表皿与杯壁，加 2 滴甲基橙指示剂，用氨水（1 + 1）调至变黄，立即加入 5mL H_2SO_4 – 酒石酸溶液[③]移入砷化氢发生管中，加水至 50.0mL 标线，以下按仪器条件操作。

注：①水样中含 As 不超过 25μg。

②混酸比例：HCl + HNO_3 + $HClO_4$ = 3 + 1 + 1。

③H_2SO_4 - 酒石酸溶液：于 400mL 0.5mol/L H_2SO_4，加入 60g 酒石酸。

废水、河水、地下水（Bi）

FAAS 法[44]

吸取 10.0mL 水样于 50mL 小烧杯中，加 1mL HNO_3（1.4mol/L）摇匀。在搅拌的同时滴加含 S^{2+} 314 mg/L的 Na_2S 溶液 2mL，静置 10min。用中速或慢速滤纸过滤沉淀。弃去滤液，滤渣经水洗洗 3 - 5 次后用 7mol/L HNO_3 溶解，溶解液收集于原烧杯中，并于电热板上蒸至近干。再用 0.28mol/L HNO_3 溶解，转移至 25.0mL 容量瓶中，定容，摇匀，配成 0.28mol/L HNO_3 介质的待测溶液。

废水、河水、海水（Cd）

萃取 - AAS 法[45]

将实验器皿用水样冲洗 5 次，然后将水样盛入其中。取水样时切勿将水底沉淀物带入，水质成分的测定可分为滤液中可溶性成分及残渣中不溶性成份两种。

测定可溶性成份时，可将水样用 0.45μ 密滤纸过滤，滤液立即加 HCl 酸化（每升加 10mL HCl）。取酸化水样 200mL 置于烧杯中，加 5mL HCl，在电热板上（或水浴）加热，蒸至近干。加 10mL 混酸（HNO_3 + HCl = 1 + 4），盖上表皿加热约 30min，取下表皿蒸发至干，冷却后加入 25mL 稀 HNO_3（1 + 99），在电热板上加热溶解约 20min，，冷却后过滤，用 5 ~ 10mL 温热稀 HNO_3（1 + 99）充分洗涤残渣（少量多次淋洗）。滤液和洗液收集于 100mL 容量瓶中，用稀 HNO_3（1 + 99）稀释至刻度，将此溶液转移至 200mL 分液漏斗中，用数 mL 稀 HNO_3（1 + 99）洗容量瓶，洗涤液也收入分液漏斗。滴加 2 滴溴酚兰溶液（0.1g 溴酚兰溶于 100mL 1 + 1 乙醇），一边振荡一边滴加氨水至变成紫色。此时的 pH 为 3.5 ~ 4.0，加 20mL 饱和硫酸铵溶液，然后加 5mL 1%　APDC 水溶液。振荡混合放置 3min 后，准确加 10.0mL MIBK，激烈振荡 3 ~ 5 分钟，将镉萃取入 MIBK。静置后如果水层和 MIBK 层分辩不清楚，再补加 5 ~ 10mL MIBK，振荡。往水层加 0.5mL　APDC 液，不见白色沉淀即可。弃去水相，将 MIBK 层吸取注入离心管，以 3000r/min 离心 5min，加硫酸钠脱水后即成试样溶液。

空白液和标准溶液按同样步骤处理。

测定不溶性成份时按下述方法处理。不溶性成份的总量可由不溶物干燥后的重量求得，这时用双层滤纸过滤，干燥后称重，减去两张干滤纸重即得滤渣的重量；也可称量过滤前后水的重量，二者之差即为不溶物的重量。

不溶物中又包括酸可溶性成份和酸不溶性成份。将滤得的残渣连同滤纸置于 200mL 烧杯中，加 30 mL 王水，盖上表皿在电热板上微沸 30 min。取下表皿后蒸发至干，加 20mL 硝酸（1 + 99），加热溶解 10min。冷却后过滤，用温硝酸（1 + 99）充分洗涤滤纸上的残渣，滤液和洗液都收集于 50.0mL 容量瓶中，冷却后用（1 + 99）硝酸稀释至刻度。残渣灼烧恒重即得酸不溶物成份。酸溶物按前述可溶性成份测定方法处理，进行 APDC - MIBK 萃取，即得试样溶液，摇匀备用。

分析测定：考虑废水中有多种元素共存，萃取时除了镉以外，铜、铁、镍、钴、锌、铅、铬等元素也同时被萃取，用加入法进行测定。

将 Cd 标准溶液转变成 MIBK 溶液：将 100 mL Cd 标液（1mL 含 0.1mg Cd）置于分液漏斗中，与试样相同进行 APDC - MIBK 萃取，得到 10 mL MIBK Cd 标液（1μg/mL Cd）。稀释时使用的 MIBK 也要处理，与水混合后，以 3000r/min 离心 5min，用此 MIBK 调仪器零点。①②③

注：①本方法除可测定 Cd 之外，还可测定水中微量 Cu、Fe、Ni、Co、Zn、Pb、及 Cr。

②土壤和污泥样品经酸处理后，也可按本方法测定其中的微量元素。

③海水中含约 10g/kg Na 和 0.4g/kg K 时，必须萃取分离后测定。

废水（Se）

GFAAS 法[47]

取水样 50.0mL，加 5mL HNO_3 消解至近干，加 2mL $HClO_4$，继续加热至白烟消失，以高纯水洗涤烧杯内壁，蒸干。加入 1mg /mL Zn 溶液 10.0mL（基体改进剂）定容，备测。

废水、饮用水、天然水（Se）

GFAAS 法[48]

将 100mL 水样置于 250mL 高型烧杯中，加 3mL HNO_3 和 5mL H_2O_2（30%）在 95℃电热板上加热 1h，或加热到体积刚刚小于 50mL，冷却。用水稀释至 50.0mL，取上述溶液 5.0mL 加入 10.0mL 的容量瓶，加 1mL 浓度为 10000μg/mL 的镍液后①，用水稀至刻度，进样 25μL。

注：①镍液是基体的溶剂。

工业废水（Cd）

FAAS 法[49]

按工业废水中 Cd 含量的高低取水样 100～500 mL 放入 1L 烧杯中加几滴 HCl，在低温电热板上加热浓缩，当溶液蒸发至 20mL 左右时，将溶液转到 200mL 烧杯中，加入 10mL HNO_3 和 3mL $HClO_4$ 继续加热破坏有机物至溶液冒大量白烟，溶液由黄色变成无色为止（如溶液有机物含量高、可再加入 $HClO_4$ 处理一次）取下烧杯，加入少量水及 HCl（1+1）2mL，微热，转入 25 mL 比色管中，用水稀至 10.0 mL，摇匀备用。

如废水中含组分较多，对 Cd 的测定产生干扰时，可采用加入 NaOH 20% 和少量 $MgCl_2$，在碱性溶液中生成 $Mg(OH)_2$ 沉淀，同时溶液中的 Cu、Pb、Cd 也沉淀出来。

在废水中有存在 Fe 时，可加入 5mL 酒石酸（10%）消除其干扰，经过滤洗涤后用少量的溶解氢氧化物沉淀，稀释一定体积后，定容、摇匀、待测。

工业废水（Cu、Zn）

导数分光光谱法[50]

移取石油化工厂污水 200mL，过滤，滤液中加 H_2SO_4（1mol/L）酸化，滴加 $KMnO_4$（5%）至红色不褪，加热，滴加盐酸羟胺（1%）使溶液呈清亮，然后转至 250mL 容量瓶中定容。移取 3.0mL 处理好的试样于 25.0mL 容量瓶中，分别加入 3.0mL 5－Br－PADAP、5.0mL $NH_3 \cdot H_2O - NH_4Cl$、800mL 乙醇和 1.0mL 柠檬酸三铵，100mL 三乙醇胺，稀释至刻度、摇匀 10min 后，在 600～500nm 做三阶导数光谱，读取 563nm 和 553nm 处的导数值。

工业废水（Ni）

双波长分光光度法[51]

对工业废水样品应预先用浓 HNO_3 消化制成清亮试液。取此试液适量置于 25mL 比色管中，用 10% NaOH 溶液调节 pH 至中性，然后加入 50% 柠檬酸铵溶液 2mL（0.05mol/L）、丁二酮肟溶液（0.50%）2.0mL、5% EDTA 溶液 2mL，加水稀释至刻度，混匀后放置 5min，以试剂空白为参比，分别在 450nm、550nm 波长下测定吸光度。

工业废水（Pb）

FAAS 法[52]

取工业废水 1000mL 于大烧杯中，加 50mL 浓 HNO_3 在电热板上加热蒸发至 10mL 左右，加 5mL 浓 HNO_3 和 2mL $HClO_4$，继续蒸发至近干，加水溶解，再用酸洗过的滤纸过滤，移入 50.0mL 容量瓶中定容，摇匀待测。

钢铁废水（Bi）

硫化物分离富集 – AAS 法[53]

钢铁厂废水 I（高浓度含 Bi 废水）：吸取 10.0mL 水样，于 50mL 小烧杯中，加入 1.4mol/L HNO_3 1mL 摇匀，边搅拌边滴加含 S^{2-} 314mg/L 的 Na_2S 溶液 2mL，然后按试验方法①的步骤分析。

钢铁厂废水Ⅱ（低浓度含 Bi 废水）：吸取水样 100mL 于 150mL 烧杯中，加 1mL HNO_3 摇匀。边搅拌边滴加含 S^{2-} 1.2g/L 的 Na_2S 溶液 5mL，然后按实验室方法的步骤分析。

受钢铁厂废水污染的河水：吸取 300mL 河水样于 500mL 烧杯中，加 3mL HNO_3，摇匀，边搅拌边滴加 S^{2-} 1.2g/L 的 Na_2S 溶液 15mL，静置 10min。用中性滤纸过滤沉淀。滤渣经水洗改用 7mol/L 的 HNO_3 溶解于 50mL 烧杯中，并于电热板上蒸至近干，用 0.28mol/L HNO_3 溶解，转移到 10.0mL 容量瓶中，定容，配成 0.28mol/L HNO_3 介质的待测溶液，用原子吸收法测定。

注：①试验方法：待加入 Na_2S 溶液之后，静置 10min。用中速或慢速定性滤纸过滤沉淀。弃去滤液，滤渣经水洗涤 3～5 次后，用 7mol/L HNO_3 溶解，溶解液收集于原烧杯中，并于电热板上蒸至近干。再用 0.28mol/L HNO_3 溶解，转移到 25.0mL 容量瓶中，定容，摇匀。待测。

污水（Pb）

AES 法[54]

取 50.0mL 水样置于锥形瓶中，在电炉上加热浓缩至 1mL 左右，取下，冷却后加入 5mL HNO_3，加热至冒白烟，然后加入 5mL HNO_3（50%），再加热至冒白烟，加入适量水，再加入 3mL HNO_3（50%），煮沸数分钟，取下冷却，转移到容量瓶中，用水定容至 50.0mL。

取上述溶液 25.0mL 至另一 50.0mL 容量瓶中，加入 5mL 草酸溶液（4%）、5mL 铁氰化钾溶液①（15%），最后用蒸馏水定容至 50.0mL，放置 2h 备测。

测定方法：用注射器吸取上述备测样液 2.00mL 置于氢化物发生器中，盖上磨口塞，按动加液开关，加入 $KBH_4$②，于特定波长处测定荧光强度，同时带空白溶液。

注：①草酸 – 铁氰化钾是干扰抑制剂，消除 Cu（10mg/L）及 Fe（300mg/L）对 Pb 的干扰。

②KBH_4 溶液：称取 KBH_4 15.0g 溶于预先加有 2.0g NaOH 的水溶液中，用水稀至 1000mL。

污水（Zn、Cu、Ni、Cd）

ICP – AES 法[55]

用 250mL 容量瓶量取 250 污水①，于 500mL 烧杯中，用 1mol/L HCl 及 1mol/L NaOH 调节污水 pH 值为中性，后加 4.0mL　HNO_3 溶液②及 3.0mL NaOH 溶液，搅拌均匀，放置 30min 后，用定量滤纸过滤沉淀，用蒸馏水冲洗烧杯及滤纸 2 – 3 次后，用 10mL 热 HCl（1 + 1）分两次溶解滤纸上的沉淀于 50.0mL 容量瓶中，用水冲洗 2 – 3 次后稀释至刻度摇匀，待测。

由混合标准溶液及含 4.0mL 镧溶液配制标准系列，制作标准曲线。

注：① 必要时先经活性炭脱色，再经 0.45μm 滤膜抽滤，得到无色澄清滤液；

② 镧溶液：含镧 5mg/mL，用硝酸镧配制。

4.5 饮用水

自来水（Cu、Pb）

FIA – GFAAS 法[56]

将自来水样通过 0.45μm 微孔滤膜抽滤，取 40.0mL 抽滤后的水样于 50.0mL 容量瓶中，加入 0.5mL HNO_3，先用氨水调至近中性，再加 pH9.5 $NH_3 - NH_4Cl$ 缓冲溶液 5mL，用水稀至刻度①。

注：①富集方法用蠕动泵将样品溶液泵入微型柱，富集 Cu、Pb，富集 60s，样品消耗 3mL，富集柱为 D401 螯合树脂填装的微型离子交换柱（φ2.2mm × 120mm）

矿泉水（Ca、Mg、Cd、Co、Cr、Ni、V）

ICP – AES 法[57]

用原水样或稀释后，测定 Ca、Mg。

测定 Cd、Co、Cr、Ni、V 等元素，取水样 200mL 浓缩至 10.0mL 之后，进行测定。

矿泉水（Li）

FAAS 法[58]

吸取水样 1.0L 加入 1.5mL HNO_3，摇匀。此水样为 A 样，取 A 样 100.0mL 于 150mL 高型烧杯中，加入数粒沸石，在电炉上直接蒸发浓缩至 6 ~ 7mL①，定容至 10.0mL，加入 1.0mL EDTA – 二钠盐溶液，摇匀，直接进行测定。

注：①水样在蒸发时，防止爆沸、溅出、枯干，水样浓缩后（10 倍）检出限可在 5.0μg/L 以下。

饮用水（Pb、Ni）

沉淀分离 – **FAAS** 法[59]

取 2L 水样于大烧杯中，加 pH = 7，40mL $KH_2PO_4 - Na_2HPO_4$ 缓冲液，加 8.0mL PAN（5g/L）溶液，搅匀，静置陈化 1h，用中速滤纸过滤，弃去滤液，用少许水洗杯壁和沉淀，再用少量 4mol/L HNO_3 洗脱溶解沉淀，定容至 5.0mL，摇匀待测。

饮用水（Se）

HG – AAS 法[60]

吸取 100mL 水样加热浓缩至约 10mL，取下，沿瓶壁加入 2.5mL 混酸（$HNO_3 + HClO_4 = 4 + 1$），在电热板上加热至冒白烟，取下转移到 50.0mL 容量瓶中，加入 5mL HCl，用水稀释至刻度，摇匀，备用。

取此溶液 10.0mL 于氢化物反应瓶中加还原剂，用氢化物 – 原子吸收法测定。

自来水、河水、海水（Cu）

浊点萃取 – **FAAS** 法[61]

取一定量样品于 50.0mL 离心管中，加入 0.002 × 10 – 3mol/L PAN①溶液 0.5mL，5% Triton X – 114②溶液 0.5mL，1mL 缓冲溶液（pH = 7.0），用水稀释至 50.0mL，摇匀，置于 40℃恒温水浴中，加热 15min 后，以 5000r/min 离心 15min 使分相。分相后的溶液在水浴中至接近 0℃，使表面活性剂相变成粘滞的液相，然后反转离心管弃去水相，加入 200μL 含 0.1mol/L HNO_3 的甲醇，以降低表面活性剂相的粘度，溶液直接进入原子吸收仪器进行测定。

注：①PAN：1 – (2 – 吡啶偶氮) – 2 – 萘酚，此试剂作为络合剂。

②Triton X－114为非离子表面活性剂

自来水、果叶、河流底泥（Sn）

平台石墨炉 **GFAAS** 法[62]

水中Sn的富集：往水中加入一定量的固体柠檬酸钠及柠檬酸，溶解溶液后使溶液的pH＝6，此溶液以2－3mL/min的流速通过硅胶柱，用3mL 2 mol/L HCl洗脱，收集体积5mL。

果叶和河流底泥样品处理：利用高压罐溶解，称取0.2g果叶或0.1g底泥样品于聚四氟乙烯杯，加2mL HNO_3，1mL $HClO_4$，0.5－1mL HF，加盖后将杯置于不锈钢罐内。高压罐于175℃烘箱加热4－5h，分解后的溶液于电炉加热蒸至小体积，用10%HCl稀释到所需体积。

自来水、河水、井水、溪水、水库水（硝酸盐氮）

紫外光度法[63]

用量筒量取水样200mL置于三角瓶中，加入2mL　$ZnSO_4$（10%）溶液，在搅拌下滴加5滴NaOH（5mol/L），调节pH至7。

取上述溶液（澄清水样）50.0mL（清洁水样可直接取样）于50.0mL比色管中。另取硝酸盐氮标准工作液0、5、10、30、50、100、150、200μg于50.0mL比色管中，加水稀释至刻度。在2支比色管中分别加入1mL HCl（1mol/L）和0.1mL氨基磺酸铵溶液（1%）摇匀。在紫外分光光度计上，用1cm石英比色皿，在波长220nm和275nm处测定吸光度值。

4.6 固体废料

原煤（As、Se）

HG－ICP－AES 法[64]

As：称取1g（精确到0.002g）粒度小于0.2mm的干燥煤样加入盛有1.5g艾氏剂的瓷坩埚中，混匀，再用1.5g艾氏剂覆盖。半开炉门，将马弗炉升温至500℃，保持1h，再升温到800℃，保持3h。将灼烧物转移到盛有20mL热水的烧杯中，用15mL HCl分三次洗涤坩埚，并搅拌溶解，冷却后全部移入100mL容量瓶中，用水稀至刻度。用3mol/L HCl稀释5倍，待测，做空白一份。

Se：称取0.200g（精确到0.0001g）粒度小于0.2mm的干燥煤样于聚四氟乙烯坩埚中，加5mL HNO_3，加盖，过夜。加入5mL　HNO_3和5mL　HF在90℃下加热，浓缩，再加5mL　HNO_3和5mL　$HClO_4$，升温到130℃左右，直到溶液变成黄色透明为止，调节成6mol/L HCl溶液，在90～95℃下加热20～30min后，取下冷却，用水定容至25.0mL待测，同时做空白。

煤（Hg）

汞齐冷 **AAS** 法[65]

称取0.100g粒径＜0.074mm煤样于自制聚四氟乙烯消化管（30mL）中，加入3mL HNO_3，加盖后，用不锈钢外套将其密闭，然后放入烘箱中，在140℃下加热24h，冷却后放入冷阱中冷冻至－18℃，以减低内压力，打开消化器，将溶液移入25mL比色管，加入2mL BrCl溶液，用去离子水稀释至刻度。取5mL试样溶液于还原瓶中，加入1mL 12%盐酸羟胺溶液，摇匀，再加入10% $SnCl_2$溶液2mL，以0.5mL/min的流速通入不含汞的载气5min，同时将释放出的汞蒸气收集在金丝捕汞管中，用两次金汞齐冷原子吸收法测定汞的含量。

煤（S）

间接 AAS 法[66]

本法采用原子吸收法测定铬酸根，因可溶性硫酸盐与微溶的铬酸钡发生交换反应，释放出铬酸根，用测铬的方法间接 AAS 测定硫。

称取 0.100－0.200g 煤样于烧杯中，用 1－2 滴乙醇湿润之，加入 15mL 3% HCl 溶液，盖上表面皿，在电板上微沸约 30min，冷却后用中速滤纸过滤，并用蒸馏水洗涤至滤液中无 Fe^{3+} 离子。用约 50mL（1＋7）硝酸把滤纸上残留煤全部转移至烧杯中，盖上表面皿于电热板上加热近干，用盐酸（体积约为 10mL）赶硝酸并加热至近干。冷却后，加 5mL 盐酸和适量蒸馏水，用中速滤纸过滤，滤液入 50.0mL 或 100mL 容量瓶中，用蒸馏水洗涤残留煤至无 Cl^- 离子，蒸馏水定容，即为试液（试液体积视试样中硫化物含量而定）于 25.0mL 容量瓶中，用水稀至 10mL，加 4mL 铬酸钡－酸悬浮液，摇匀，加 1mL 含钙氨水，用 70% 乙醇溶液定容，摇匀于冷水中冷却至室温，并静置 50min，用慢速滤纸干过滤。在仪器工作条件下测量滤液中铬的吸光度。

煤粉（As、Be、Bi、Cd、Cr、Ge、Pb、Sn、Sb、Te）

GFAAS 法[67]

将经研磨能通过 100 网目的煤粉，称量 5.000g 放入瓷坩埚中，然后放入通风炉中。升高炉温到 300℃，保温 30min，再升温到 550℃。保温 30min，最后升温到 850℃，保温 1h。取出坩埚，用棒搅拌煤灰后把坩埚重新放加 850℃的炉中，保温 1h（不通风），取出坩埚，静置冷却。然后将煤灰转移到 100mL 聚四氟乙烯烧杯中，加入 5mL HF 和 15mL HNO_3，缓慢加热溶解。当煤灰溶解时，继续加热至近干，往残渣加入少量水，然后加入 1mL HNO_3 直至完全溶解。将溶液转移到 100mL 容量瓶中，用水稀释至刻度。将溶液贮存在塑料瓶中，用标准曲线法测定。

煤灰（Ca、Sr）

FAAS 法[68]

称取 100mg 样品（通过 72 筛孔）。置于白金坩埚中，加入 5mL HF 加热溶解。加入 4mL $HClO_4$，冒烟 2min，冷却后，加数滴 HCl 洗涤埚壁。加热至盐类开始析出，冷却，加 20.0mL HCl（5%），温热使其全部溶解。移入 100mL 容量瓶中，加入 4mL La 溶液（5%），用水稀至刻度。用标准曲线法进行测定。

煤灰（污水、土壤、粮食、植物、人发）（Pb、Se）

GFAAS 法[69]

土壤、煤飞灰：称取 0.200－0.500g 干燥细匀的试样于带盖聚四氟乙烯坩埚内，加入 7mL HNO_3－$HClO_4$（3＋1）混酸和 3mL HF，放置过夜。次日在电热板上加热消煮，勿使温度过高①，消解至溶液澄清。当大量高氯酸冒白烟且残留溶液 1－2mL 时，停止加热，在坩埚里加 5mL 4mol/L HCl，在电热板上煮沸 5min，用 1mol/L HCl 定容至 25.0mL。

粮食、植物、人发等发生物样品：准确称取 0.2－1.5g 干燥细匀的试样于 50mL 烧杯中，加 5－10mL HNO_3，盖上表皿放置过夜。次日于电热板上逐渐升温至大量 NO_2 出现后，加入 5mL HNO_3 + $HClO_4$（4＋1）混酸，消煮至溶液澄清，当 $HClO_4$ 冒白烟且残留溶液至 1－2mL 时，停止加热，用 2mol/L HCl 定容至 10.0mL。

污水样品：取一定量污水样品，加入适量浓 HCl，煮沸 5min。如果污水中含有机物较多，可先在水样中加 HNO_3 和过硫酸钾。加热煮沸至有机物破坏后，再加适量浓盐酸煮沸 5min。水样中的悬浮粒子可用离

心机沉降，不宜用滤纸过滤，以免硒被吸附而损失。

注：①过高的温度可引起 Se 的损失。

粉煤灰（Co、V、Ti、Mo、P、Sr、Cu、Pb、Zn、Cr、Hg、Ba、Mn、Ni）

ICP－AES 法[70]

称取烘干试样 0.100g 放入高压消解器的内衬中，加入 HNO_3，HF，$HClO_4$ 各 1mL，加盖、套上不锈钢外套，置于 190－200℃的烘箱内加热 8－10h，冷却后，加 0.5mL HF，在可控温的电炉上（不超过 210℃）加热驱赶 HF，直至冒 $HClO_4$ 白烟冒尽，溶液按近干时加入 5mL HNO_3（1＋1），溶解全部盐类，冷却后用水定容，摇匀待测。

试验比较了铂金坩埚加盖，聚氟乙烯坩埚敞口及高压消解器三种处理方法，结果表明，用高压消解器溶解的样品几乎没有不溶残渣，与其它预处理方法比较，结果符合。

尾煤（Hg）

冷原子吸收法[71]

称取经风干粉碎的尾煤①2.000g 于 150mL 锥形瓶中，依次加入亚沸蒸馏水 40mL，10mL 9mol/L H_2SO_4 和 20mL $KMnO_4$（50g/L）溶液，充分混匀，置 80℃水浴锅上加热 1h（每隔 20min 摇一次，如见紫色褪去，再补加 50g/L $KMnO_4$ 溶液）。取下冷却后，滴加 200g/L 盐酸羟胺溶液至紫色褪去，小心转移到 100mL 容量瓶中，并定容至刻度。取 5.0mL 定容后的清液于氢化物发生装置②的反应瓶中进行测定。

注：①本实验选用 GBW 08303 土壤标准物作为参照物，测定 13 个样品，结果 Hg 量相等。

②采用同济医科大学的 VA－90 型氢化物发生装置。

树叶（Pb）

分光光度法[72]

为了进行比较，采用南通市汽车站车辆密集高架桥边以及校园内教室边的树叶，所采集的树叶没有明显的斑渍，每处至少二片，放入干净的塑料袋中密封保存。测定前将每片树叶放在纸上描述树叶轮廓，再将剪下叶子轮廓的纸在天平上称重，由同一纸上剪下 10cm × 10cm（100cm^2）的纸并称其质量，根据纸的质量与面积比，求出树叶的面积（以 cm^2 为单位）。

将已知表面积的树叶试样剪碎，分别装入盛有 12mL HNO_3（0.10mol/L，约 70℃）的烧杯中，振动 2min，使附着在树叶表面上铅全部溶于溶液中，取出树叶，待溶液冷至室温。

将上述处理过的样品溶液转入 25.0mL 容量瓶中，用 3mL 联合掩蔽剂①洗涤烧杯，并转入相应容量瓶中，加入缓冲溶液②（pH 5.5）4.0mL、SXO 溶液③1.0mL、CTMAB 溶液④1.5mL，Span－80 溶液⑤2.0mL，用水稀释至刻度摇匀，在室温下放置 10min 后，用 2cm 比色皿，以试剂空白为参比，在波长 540nm 处测定吸光度。

注：①联合掩蔽剂：取抗坏血酸、NH_4F、$K_4Fe(CN)_6$ 各 0.2g 溶于 100mL pH 5.5 六次甲基四胺缓冲溶液；

②六次甲基四胺缓冲溶液：pH 5.5；

③SXO 溶液：1g/L、10mg/L；

④CTMAB 溶液：2.0g/L；

⑤Span－80 溶液：2g/L。

参考文献

[1] 李赐麒，原霞．光谱学与光谱分析，1995，15（1）：87～91
[2] 陈中兰，汪模辉．分析化学，1997，25（6）：714～717
[3] 林学辉，刘昌岭，张红．中国无机分析化学文摘．北京：冶金工业出版社，1998，15（4）：56
[4] 郭玉生，赵永魁．有机物的原子光谱分析．沈阳：辽宁科学技术出版社，1997：233
[5] 闫永胜，刘淮，张首才．分析实验室，1993，12（2）：81～82
[6] 马贵茹，王金生，张武．分析实验室，2002，21（增刊）：132～133
[7] 中国环境保护标准汇编．北京：标准工业出版社，2001：247
[8] 李梅，蔡宁，曹亚萍．塞曼火焰原子吸收光谱应用手册．北京：地质出版社，1996：21
[9] 李玉珍，邓宏筠．原子吸收分析应用手册．北京：北京科学技术出版社，1990：242～243
[10] 晏驰，郜洪文．微量元素研究进展（第一辑）．北京：化学工业出版社，1995：214～216
[11] 邓满斌．理化检验（化学分册），2001，37（5）：229～330
[12] 李梅，彭润中，杨啸涛 等．原子吸收分析中的基体改进技术，北京：北京大学出版社，：37～40
[13] 陈杭亭，杜继贤．光谱学与光谱分析，1994，14（3）：87～92
[14] 董顺玲．光谱学与光谱分析，1996，16（6）：91～98
[15] 王伟锋，苏耀东，程圣．光谱实验室，2001，18（6）：727
[16] 郭玉生，赵永魁．有机物的原子光谱分析．沈阳：辽宁科学技术出版社，1997：236
[17] 秦大伟，林振强，王建成．化学分析计量，2000，9（4）：17～19
[18] 刘晓明，朱亚新．第五届全国原子光谱分析学术报告会论文摘要，武汉：（内部资料），1996：152
[19] 刘国尧，代宁，史红雨．第五届全国原子光谱分析学术报告会论文摘要，武汉：（内部资料），1996：148
[20] 中国环境保护标准汇编．北京：标准工业出版社，2001：256
[21] 中国环境保护标准汇编．北京：标准工业出版社，2001：263
[22] 中华人民共和国国家标准．北京：标准工业出版社，GB/T 15505－1995
[23] 刘军鸽，熊远福，李辉勇．分析化学，1998，26（9）：1108～1111
[24] 贯红霞，冯兰平，陈远晶．微量元素研究进展（第一辑）．北京：化学工业出版社，1995：193～194
[25] 刘国尧，代宁，史红雨．第五届全国原子光谱分析学术报告会论文摘要，武汉：（内部资料），1996：147
[26] 郭小伟，郭旭明．光谱学与光谱分析，1996，16（3）：88～92
[27] 陈运生．微量元素研究进展（第一辑）．北京：化学工业出版社，1995：200～203
[28] 中国环境保护标准汇编（水质分析方法）．北京：标准工业出版社，2001：616～617
[29] 刘奇，李全民，张永才．冶金分析，2001，21（1）：20～21
[30] 中国标准出版社 第二编辑室．中国环境保护标准汇编．北京：标准工业出版社，2001：
[31] 于建国 主编．现代实用仪器分析方法．北京：中国林业出版社，1994：64～65
[32] 中国无机分析化学文摘．北京：冶金工业出版社，1998，15（2）：92
[33] 陈冠华．光谱学与光谱分析，1995，15（3）：83～86
[34] 翟贵仙．光谱学与光谱分析，1992，12（1）：119～122
[35] 李有瑞，黄雅丽．光谱学与光谱分析，1992，12（2）：87～91
[36] 周聪．光谱学与光谱分析，1996，16（4）：68～71
[37] 梁树权，陈德朴，钟攸兰．痕量分析，1985，（3～4）：36～42
[38] 李梅，蔡宁，曹亚萍．塞曼火焰原子吸收光谱应用手册．北京：地质出版社，1996：106

[39] 李梅，蔡宁，曹亚萍. 塞曼火焰原子吸收光谱应用手册. 北京：地质出版社，1996：256
[40] 郜超，邹洪，郭启华 等. 分析试验室，2002，21（增刊）：128～129
[41] 廖振环，江万松，杨敏. 分析实验室，1996，15（3）：68～71
[42] 李绍南. 有色金属分析通讯，1991，(6)：22～23
[43] 丘山，丘星初，邱勋鹏 等. 冶金分析，1996，16（2）：40～42
[44] 谢素源，边归国. 微量元素研究进展（第一辑）. 北京：化学工业出版社，1995：217～219
[45] 李玉珍，邓宏筠. 原子吸收分析应用手册. 北京：北京科学技术出版社，1990：232～235
[46] 北京第二光学仪器厂情报室. 原子吸收光谱分析方法汇编. 北京：北大出版社，1981：123～125
[47] 潘娟美，王志伟，陈恒斌. 光谱学与光谱分析，1996，16（3）：111～115
[48] 北京第二光学仪器厂情报室. 原子吸收光谱分析方法汇编. 北京：北大出版社，1981：78～79
[49] 徐海升. 微量元素研究进展（第二辑）. 北京：万国学术出版社，1997：138～140
[50] 刘广东，刘文钦，袁存光. 分析实验室，1996，15（4）：54～56
[51] 邹锋，郜洪文. 微量元素研究进展（第一辑）. 北京：化学工业出版社，1995：204～206
[52] 高俊杰，余萍，苏会东 等. 光谱学与光谱分析，2000，20（3）：388～389
[53] 谢素源，边归国. 分析实验室，1996，15（3）：76～78
[54] 钱红，王渤，高群秦. 化学分析计量，2000，9（3）：31～33
[55] 王民贤. 化学分析计量，2000，9（4）：26～27
[56] 张衍林. 分析试验室，2002，21（增刊）：166
[57] 陈元清，黎仿，卢中热 等. 微量元素研究进展（第一辑）. 北京：化学工业出版社，1995：186～188
[58] 李梅，蔡宁，曹亚萍. 塞曼火焰原子吸收光谱应用手册. 北京：地质出版社，1996：256
[59] 李梅，蔡宁，曹亚萍. 塞曼火焰原子吸收光谱应用手册. 北京：地质出版社，1996：350
[60] 林新华，张珍璞，齐冬建. 微量元素研究进展（第一辑）. 北京：化学工业出版社，1995：207～209
[61] 陈建荣，林建军. 分析试验室，2002，21（增刊）：150
[62] 杜新元，金春植，金槿玉. 分析化学，1986，14（2）：90～92
[63] 郑翠玲. 理化检验（化学分册），1997，33（12）：556～557
[64] 郭欣，王琳琳，郑楚光. 分析化学，2000，28（7）：921
[65] 冯新斌，洪业汤. 中国无机分析化学文摘，北京：冶金工业出版社，1998，15（4）：68
[66] 孙贤祥. 光谱学与光谱分析，1998，18（6）：707～710
[67] 李玉珍，邓宏筠. 原子吸收分析应用手册. 北京：北京科学技术出版社，1990：303～304
[68] 李玉珍，邓宏筠. 原子吸收分析应用手册. 北京：北京科学技术出版社，1990：290～291
[69] 郭玉生，赵永魁. 有机物的原子光谱分析. 沈阳：辽宁科学技术出版社，1997：235
[70] 李尉卿，曾隆强，田水松. 痕量分析，1985，(3～4)：84～85
[71] 李梅，蔡宁，曹亚萍. 塞曼火焰原子吸收光谱应用手册. 北京：地质出版社，1996：222
[72] 孙嘉彦，郁庆华，虞胜娟. 光谱实验室，2002，19（6）：745～747

第5章　轻工类

5.1　概述

本章叙述了各种轻工业产品仪器分析样品的制备方法，现分别加以介绍。

玻璃、陶瓷：分析玻璃、陶瓷主要的问题是样品的分解。玻璃样品一般是用 HF 溶解除 Si 后进行测定。陶瓷则采用 HF 和 $HClO_4$ 混酸来分解。分解这些样品需要使用聚四氟乙烯制的烧杯。为节约试剂和时间最好使用高压密封或微波消解方式。将 0.1g 玻璃样品用 4mLHF 及 0.3mL 王水在 150℃下分解只需 2h.。

煤灰：煤灰样品过去使用白金坩埚用 HF 及 $HClO_4$ 来分解，由于白金坩埚昂贵，所以大多采用高压密封或微波消解方式来代替白金坩埚。效果令人满意。称取 0.5g 煤灰置于高压密封或微波消解管中，加入 3mLHF 及 9mLHNO_3 在 150℃下分解 3h 即可。这样处理过的煤灰可用于分析 Ca、Mg、Fe、Cr 及 Zn 等元素。

电镀液、照像定影液等：这一类样品取样稀释到一定体积后即可测定。为消除干扰，可配制与样品成分类似的标准系列溶液，按上述仪器工作条件进行测定，绘制工作曲线。或者采用标准加入法进行测定。

饲料：样品分解方法有湿法（酸消化法）及干灰法两种。由于干灰法手续烦杂，须在 450℃下灰化 8h 左右。故建议采用高压密封消化分解，这样可将时间减少至 4h 左右。

本章还介绍各类样品采用不同仪器及消解方法。

5.2 化妆品类

化妆品（Cd）

FAAS 法[1]

称取约 1.000g 样品于 25.0mL 比色管中，加入 3mL HNO_3 浸泡过夜，水浴中加热消化 1 - 1.5h①，取出稍冷后，加入 2mL $H_2O_2$②，继续水浴消化 1h，取出冷却后定容至 10.0mL。摇匀待测③。

注：①含乙醇类样品须先将样品于水浴中加热赶走乙醇，但不可蒸干。

②在加 H_2O_2 之前，一定要将样品从水浴中取出稍冷后再加，以防止产生大量泡沫将样品冲出管外。

③此方法尚可用于测定化妆品中的 Pb。

化妆品（Fe）

AAS 法[2]

量取 50.0mL 样品溶液于烧杯中加热蒸发至干，冷却，慢慢加入 20mL HNO_3，小心加热，反应停止后，慢慢加入 5mL　H_2SO_4，加热至冒 SO_3 白烟，加 20mL　HCl（1 + 1），加热溶解盐类，冷却后转移至 100mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀备用。此法为湿法分解。

化妆品（Fe）

AAS 法

用干灰化法处理样品：将一定量的样品加热浓缩后，在电炉或低温灰化装置中灰化，然后用酸分解成试样溶液，定容，摇匀，待测。采用标准曲线法进行测定。

化妆品（Hg、As、Pb）

高压溶样 – ICP – AES 法[4]

准确称取试样 1g 于 50.0mL 聚四氟乙烯内筒内，加入 HNO_3　3mL，H_2O_2　4mL。将聚四氟乙烯内筒放入不锈钢套筒内，放好垫片及内外盖，上紧螺栓，放入 120℃恒温箱内消解 2h，取出冷却后，将样液移入 10.0mL 比色管中，用水稀至刻度。干过滤后供 ICP – AES 测定，随同试样做空白试验。

对含油、腊质较高的样品，加 $HClO_4$　2mL，H_2O_2　3 ~ 4mL，在恒温箱中消解后，置于水浴上加热 20min，再转移至 10.0mL 比色管中，用水稀释至刻度，干过滤后供 ICP – AES 测定。

化妆品（Pb）

灰化 FAAS 法[6]

称取 1.000 – 5.000g 化妆品置于瓷坩埚内，加入 1mL　HNO_3，搅拌均匀。将坩埚盖留一小缝，置于可调电炉上蒸发水分。蒸干后，升高炉温使其炭化，当不冒黑烟时，移入 550℃高温电阻炉内灰化 4h。冷却后，加入 10.0mL　10%　HNO_3 溶解灰分。用 1% HNO_3 溶液转入 50.0mL 容量瓶中，定容，摇匀，同时带空白试验，待测。

化妆品（Pb、As、Hg）

微波消解 AAS 法[7]

称取均匀样品 0.200 ~ 0.500g 置于聚四氟乙烯消化罐中（若样品含乙醇等有机试剂，先于水挥发干），加入 HNO_3　5.0mL，H_2O_2　1.0mL，去离子水 2.0mL，盖上聚四氟乙烯内盖，拧上罐盖（注意拧到正好卡住为好），放入微波炉中，旋转调零，使显示屏数字为“0”，再旋转压力满度旋纽，使显示屏数字为“40”，反复调节直至零位为“00”，满度为“40”，关好微波炉门，以下操作步骤严格按 MK – II 型压力自控制波溶样系统操作手册操作 .

根据不同类型的化妆品选择溶样压力和加热时间，通过试验，洗发香波及霜类的化妆品易消解，压力在 1.0 ~ 1.5（Mpa），时间 3min，面唇膏类的化妆品较难消解，在取样品时可考虑 0.2g，压力 1.5 ~ 2.0（Mpa），时间 5min，样品均能消化完全。消化完全后自然冷却，然后将消解液移入 10.0mL 比色管中，用少量去离子水洗涤溶样杯数次，合并洗涤液并定容至 10.0mL，摇匀备用，同时做试剂空白。

微波消解试剂的选择

消解试剂常用多种酸的混合试剂，$HNO_3 – H_2O_2$ 是常用的混合酸，它具有较强的氧化性，在消解完毕后易于挥发除去，以减少对原子吸收测定的干扰。在 0.500g 样品中，加入 $HNO_3 + H_2O_2$ =（5 + 1）5mL。

微波消解条件的选择

由于化妆品种类繁多，名种类型的化妆品其消解度差异较大，一般对易消解的化妆品如洗发精、花露水、沐浴露、霜类可选择低档位加热，对难消解的化妆品如唇膏、睫毛膏类可选择高档位加热。对 30 多份洗发香波、沐浴露、霜类、膏类化妆品进行了微波消解，选择消解压力为 1.5 ~ 2.0（Mpa），加热时间在 3 ~ 5min 以内，消解的样品溶液均能达到无色透明。

化妆品（Pb）

GFAAS[8]

1. 水溶性样品：标准 1.000 ~ 2.000g，用 0.2% HNO_3 溶解定容于 50.0mL 容量瓶中，同时加 2mL $NH_4H_2PO_4$（25%）

2. 脂溶性样品：称取样品 1.0 ~ 2.0g，用 2 + 7 的 HAc/MIBK 混合溶剂溶解定容于 50.0mL 容量瓶中，

同时加 1mL H_3PO_4（1 + 1）

3. 不溶性固体样品：采用 HNO_3 + $HClO_4$ 配制参见国标 GB 7719·3—87 化妆品检组方法。

明胶（Fe、Cu）

FIA – FAAS 法

准确称取 1.2g 左右的明胶数份，每种明胶各称二份（其中一份作回收实验用），放入若干只 50.0mL 烧杯中，分别加入 20mL 去离子水，溶胀 15min 后，再加 1mL HCl 和 HNO_3，置于电热板上低温水解（130℃左右）2h 后，再加 1.0mL 的 H_2O_2 溶液高温消解 20min，然后赶去未完全反应的 H_2O_2，冷却至室温，调节 pH = 3.6 左右，定容至 25.0mL 待测。

香波（Hg）

冷原子吸收法[5]

称 1.000g 香波，置于 100mL 锥形瓶中，加 50mg V_2O_5，7mL HNO_3，置于电热板上微火加热至微沸，取下冷却，加 8mL H_2SO_4，于锥形瓶口放一小玻璃漏斗，在 135 ~ 140℃下，继续加热消化，必要时补加少量 HNO_3，消解至溶液呈透明兰绿色或桔红色。冷却后，加少量水继续加热煮沸 2min 以驱赶 NO_2，定容至 50.0mL，摇匀待测。

洗发液（Pb）

FAAS 法[9]

称取洗发液样品 10.000g 于干净的 50.0mL 瓷坩埚中，放入 100℃烘箱烘至近湿盐状，再放入马弗炉灰化。由室温逐渐升至 580℃约 3h，样品基本灰化，取出冷至室温，加入 2mL HCl（1 + 1）温热，使坩埚内溶物溶解，加入沸水 8mL，最后冷至室温定容 10.0mL，摇匀待测。若溶液有少量灰化不完全或有沉淀，可用快速滤纸干过滤后测定，同时做 2 个以上的空白，与标准系列一起用 FAAS 测定。

用此方法测定了花王洗发液中的 Pb。

洗发香波（苯酚）

色谱法[10]

称取 1.000 – 2.000g 香波样品置于消化罐盖中，加入 10.0mL 4.0mol/L H_2SO_4，摇匀，盖好罐盖置于微波炉中，用 400Kpa 加热 3min，再用高档 600Kpa 加热 5 ~ 8min，通风冷却后，卸开密封盖，用水冲洗出试样并定容至 50.0mL，备用。

移取上述试样溶液 10.0mL 置于 25.0mL 比色管中，用水稀释至 25.0mL，加入 0.5mL 碱性氯化铵缓冲液①，混匀，加 1.0mL 2% 4 – 氨基安替比林溶液②，混匀，最后加 1.0mL 8%铁氰化钾溶液，混匀，静置 15min，用分光光度计于 510nm 波长下，用 2cm 比色杯，以试剂空白作参比，测定其吸光度。

注：①缓冲液将 20g NH_4Cl 溶于 100mL 浓氨水中。

②2% 4 – 氨基安替比林溶液：2.0g $C_{11}H_{13}ON_3$ 溶于 100mL 水中。

5.3 肥料及饲料

肥料（B）

分光光度法[11]

酸溶性硼：称取 2.000g 样品，置于 100mL 容量瓶，加入 30mL 水和 10.0mL HCl，盖好盖，摇动

15min。用水稀释定容，摇匀，测定时如果需要还可以稀释。

水溶性硼：称取2.000g样品于250mL烧杯内，加水50.0mL，煮沸约10min。用Whatman 40号滤纸趁热过滤到100mL容量瓶内，用沸水洗涤沉淀6次至滤液约95mL。冷却后加1.0mL　HCl，用水稀释定容，摇匀，转入塑料瓶内保存。测定时如果需要还可以稀释。

分别移取标准溶液和上述待测溶液100mL，分别置于10.0mL锥形瓶，分别加入5.0mL发色剂，在室温下放置1h，用1cm比色皿，在波长420nm处以水为参比，测定吸光度。

肥料（Ca、Cu、Fe、Mg、Mn、Zn）

FAAS法[12]

（a）、无机和混合肥料：称取1.000g磨细样品置于150.0mL烧杯中，加10.0mL HCl，在电热板上煮沸，蒸发至干（不要烤出残渣）冷却后加入20mL　2 mol/L　HCl溶解残渣。（需要时可以微沸），用快速滤纸过滤到100mL容量瓶内，用水充分洗涤残渣和滤液。定容，待测。如测Ca时可加入La溶液在100mL容量瓶中加20mL　1%　La溶液。摇匀待测。

（b）、含有机质的肥料（槽肥、玉米棒芯、棉子饼等）：将1.000g样品置于150.0mL烧杯中（Pyrex和相当的烧杯），放在电热板上炭化。然后移入500℃马弗炉内灰化（炉门稍稍打开，允许空气出入）。取出用搅棒压碎灰分。按（a）加入10.0mL　HCl溶解灰分制备样品，待测。

（c）、含微量难熔元素的肥料，称取<1.000g的样品溶于5mL　$HClO_4$和5mL　HF中，煮沸蒸发，直至全溶后，定容、稀释后备用。

肥料（酸性钙）

滴定法[13]

称取2.500g样品置于250mL容量瓶内，加入30mL　HNO_3和10.0mL　HCl，煮沸30min。冷却后定容混合均匀（如果需要可以过滤）。

移取上述溶液25.0mL置于烧杯中，用水稀释到100mL，加入2滴溴苯酚兰指示剂，加NH_4OH（1+4）直到指示剂由黄变绿色。如果加过量时可用HCl（1+4）调回到pH=3.5~4.0，用水稀释到150mL，煮沸。慢慢加入30mL饱和的$(NH_4)_2C_3$热溶液，不断搅拌，如果颜色由绿变兰，用HCl（1+4）调至绿色，如果又回到黄色，用NH_4OH调到绿色。在蒸汽浴上消化1h，（或放置过夜）。冷至室温，用滤纸过滤，沉淀用NH_4OH（1+50）充分洗涤。将滤纸与沉淀一齐放回原来的烧杯中加入125mL水和5mL　H_2SO_4，加热至70℃以上。用0.1mol/L　$KMnO_4$溶液滴定到首次出现桃红色。校正空白，即可。

肥料（Mn）

FAAS法[14]

称取1.000g样品于50mL烧杯中，用少量乙醇润湿样品，加20 mL水，放置15 min，不时地搅拌，通过9cm Whatman 5#滤纸过滤，用少量水多次洗涤，直到滤液约为230mL为止。加入3~4mL H_2SO_4用水定容至250mL。摇匀待测。标准溶MnO_2用6 mol/L　HCl溶解，配制工作溶液时用0.5 mol/L　H_2SO_4配制。

注：只适用于Mn^{2+}。

肥料（Na）

FAAS法[15]

称取2.500g样品（Na含量<4%）或1.250g样品（Na含量为4%~20%）置于250mL烧杯中，加入125mL H_2O和50.0mL $(NH_4)_2C_2O_4$溶液，煮沸30min，冷却后用水稀释，摇匀，用干滤纸过滤。对Na<1%

的样品可直接用滤液进行测定，对于 Na 含量为 1% ~ 20% 的样品，可取 20.0mL 滤液置于 100mL 容量瓶中，用水稀至刻度，摇匀待测。

磷肥（P）

电位滴定法[16]

准确称取 2.5g（精确至 0.0001g）普通过磷酸钙磷肥或硝酸磷肥于 300ml 烧杯中，加 100mL 蒸馏水，用玻璃棒研磨 30min，定量转移到 250ml 容量瓶中，定容，摇匀。干过滤，弃去初滤液。准确吸取 25ml 续滤液①，加 1 滴溴甲酚绿指示剂，用 2mol/L 氢氧化钠溶液和 2mol/L 硝酸溶液调溶液由蓝色变成黄色，并使 2mol/L 硝酸溶液调过量 4 ~ 6 滴，加 6ml 0.1mol/L 硝酸钡溶液，搅拌均匀，用中速定量滤纸过滤，用 2 mol/L硝酸酸化的水洗涤沉淀 5 ~ 6 次，滤液和洗涤经过 15g 氢型阳离子交换树脂②，控制交换速度为 6 ~ 8 ml/min，用 250ml 容量瓶接收交换液，用蒸馏水洗涤树脂至接近容量瓶刻度，定容，摇匀，备用。

准确吸取 25.0ml 上述交换液于 100 mL 小烧杯中，加 1 滴溴甲酚绿指示剂，滴加 2mol/L 氢氧化钠溶液，使交换液由黄色变成蓝色后，加 3mL pH = 5.4 的六次甲基四胺 - 硝酸缓冲溶液，（20 mL 无水乙醇，插入电极，在匀速搅拌下，用 0.0500 mol/L 硝酸铅标准溶液滴定，用二阶微分法确定硝酸铅标准溶液的滴定终点体积。计算水溶性磷（P_2O_5）的含量。

注：①NaOH 溶液：2mol/L；

②阳离子交换树脂：732 型，用 5% HNO_3 使树脂转型和再生。

叶面肥（Cd、Cu、Fe、Mn、Pb、Zn、Ca、Mg、P、K）

ICP - AES 法[17]

称取样品 1.000g（精确至 0.001g）于 100mL 圆底刻度烧杯中，加王水 30mL 在电热板上微沸 30min，至样品消化完全，溶液澄清①取下烧瓶，稍冷，加入 50.0mL（1 + 5）HCl，稍加热溶解盐类，取下烧瓶，冷却后，加水稀释至 100mL，摇匀，过滤备用。

注：①样品溶液不要求十分澄清，可通过过滤再测定。

饲料（Ca）

FAAS[18]

称取经粉碎并过 60 目筛的试样 1.000g 于瓷坩埚中，在电炉上小心炭化①，再放入高温炉于 550℃下灼烧 3h。取出放冷后，加入 10.0mL HCl 溶解灰分，低温消化。转移至 100mL 容量瓶，冷却至室温，用水稀释至刻度，摇匀。

取 4 只 50.0mL 容量瓶，分别加入试样分解溶液 1mL，再分别加入 100mg/L Ca 标准溶液 0.1、1.0、2.0、4.0mL，加入至刻度，混匀后待测②。

注：①H_2SO_4 会产生明显干扰，因此建议采用干灰化法。

②因饲料中含有大量 P，严重抑制 Ca 的原子吸收测定，因此采用标准加入法测定。

饲料（Co）

FAAS 法[19]

饲料原料、配合饲料、浓缩饲料的处理

准确称取 5 ~ 10g 试样（精确至 0.0001g）于 100mL 硬质玻璃杯中，于电炉或电热板上低温炭化，然后于高温炉中 600℃，灰化 2h，若仍有少量炭粒，可滴入 HNO_3 使残渣润湿，加热烘干，再于高温炉中灰化至无炭粒，取出冷却，向残渣中滴入少量水，润湿，再加入 5mL HCl，加入水至 15mL，煮沸数分钟后放

冷，定容、过滤、得试样测定液，备用，同时制备试样空白溶液。

预混合饲料样品处理

准确称取 2～5g 试样（精确至 0.0001g）于 250mL 具塞锥形瓶中，加入 100ml　HCl（1＋10），置于磁力搅拌器上，搅拌提取 30min，再用离心机以 3000r/min 离心分离 5min，取其上层清液为样品分解液；或于搅拌提取后，取干过滤所得溶液作为试样测定液，同时制备试样空白溶液。

饲料（Fe、Cu、Zn、Mg）

FAAS 法[20]

采取具有代表性的样品至少 2Kg，用缩分法缩减至约 250g，粉碎过 40 目筛，混匀，装入瓶内密闭，保存备用。

1、饲料原料、配合饲料、浓缩饲料试样的处理

准确称取 2～5g 试样（精确至 0.0001g）于 100mL 硬质玻璃烧杯中，于电炉或电热板上缓慢加热炭化，然后于高温炉中 500℃以，灰化 16h，若仍有少量的炭粒，可滴入 HNO_3 使残渣润湿，加热烘干，再于高温炉中灰化至无炭粒．取出冷却，向残渣中滴入少量水润湿，再加 10.0 mL　HCl 并加水 30 mL 煮沸数分钟后放冷，移入 100mL 容量瓶中，用水定容、过滤，得试样分解液，备用，同时制备试样空白溶液①。

2、预混合饲料料品处理

准确称取 1～3g 试样（精确至 0.0001g）于 250 mL 具塞锥形瓶中，加入 100mL　HCl（1＋10），置于磁力搅拌器上，搅拌提取 30min，再用离心机以 3000r/min 离心分离 5min，取其上层清液，为试样分解液；或是搅拌提取后，取干过滤所得溶液作为试样分解液，同时制备试样空白溶液．

含金属螯合物的预混合饲料按 1 处理。

注：①测定 Mg 和 Mn 时须加入氯化锶干扰抑制剂，加入量为定容体积的 1/10，氯化锶的配制是称取氯化锶 152.1g，溶于 420mL HCl，加热至 1000 mL 摇匀备用。

饲料、食品（Pb）

HG—AFS 法[21]

称取样品约 2.000g（干样）或 5.000g（湿样）于消化管中，加入 15mL HNO_3，放置过夜。于消化炉上缓缓升温，至消化平稳后，升温至 150～180℃蒸至近干，再加 10.0mL HNO_3 消化至近干。加 2.5mL $HClO_4$，升温至 200℃，消化至无色，并在 220～250℃ 蒸干 再加入约 10.0mL 水蒸干①，处理 1～2 次。取出稍冷，准确加入 5mL $HClO_4$（1＋1）并加水约至 70mL，加热溶解残渣，冷却后，依次加入 2mL（1%）草酸，4mL 铁氰化钾（10%）②，定容至 100mL 摇匀，放置 30min 后进行测定，同时做试剂空白③。

注：①HNO_3 和 $HClO_4$ 分别加入，且加入 HNO_3 后放置一段时间，样品不会由于反应激烈而冲出管口而损失，而大部分样品消化后再加入 $HClO_4$ 也增加了安全性，但必须保证在蒸干前样品已完全消化完全，特别是含有大量脂肪等不易被消化的样品时，可多加 $HClO_4$。

②每加一种试剂后必须混匀。

③室温低时可适当增加放置时间。

饲料（Se）

GFAAS 法[22]

称取 1.000g 样品于 100mL 烧杯中，加入 10mL HNO_3，加盖浸泡 10h 左右，低温加热只剩下约 5mL 溶液时，再补加 10mL HNO_3，继续低温加热到剩下 2mL，用水定容到 25.0mL。测定前将该溶液稀释 1～2 倍，加入 0.5mg/mL Pd 和 0.2mg/mL Ca 作为基体改进剂。用石墨炉原子吸收法测定 Se。

饲料和饲料添加剂（Zn、Cu、Fe、Mn、Ca、P）

ICP－AES[23]

准确称取 1～2g（准确到 0.0001g）碾碎样品，置于 250mL 高型烧杯中，加入 20mL HNO_3 + $HClO_4$ =（4 +1）混酸，在电炉上缓缓加热分解，待作用缓和放冷，沿杯壁加入 5mL H_2SO_4，再加热至杯中溶液开始变成棕色时，补加 10.0mL HNO_3－$HClO_4$ 混酸，继续加热消化，蒸发至无大量白烟冒出为止，取下冷却，加 20mL 水煮沸数分钟，冷却（必要时过滤）用 5%（V/V）HNO_3 溶液转移至容量瓶中，定容到 50.0mL①，摇匀待测。

注：①本方法用于测定新昌肉食禽用预混料，黄岩蛋禽用饲料及湘潭畜禽王添加剂样品的分析。

动物饲料（Ca）

FAAS 法[25]

本法只适用于矿物质饲料，采用干灰化法称取 2.000g 仔细研磨过的样品，置于石英皿或瓷皿中，在高温炉内灼烧成无碳的灰分，但需避免熔化，往残渣中加入 40mL HCl（1 + 3）和几滴 HNO_3 煮沸，移入 250mL 容量瓶中，冷却，稀释至刻度并充分混匀。

吸取 25.0mL 澄清溶液于烧杯中，稀释至约 100mL 加入 2 滴甲基红①。逐滴滴加 NH_4OH（1 + 1）溶液至 pH = 5.6，即溶液呈现过渡的棕橙色（如滴加过量），需滴加 HCl（1 + 3）溶液至呈橙色，再多滴 2 滴 HCl（1 + 3）溶液，使溶液呈粉红色（pH = 2.5～8.0）而非橙色。稀释至约 150.0mL，加热至沸，在不断搅拌下缓缓加入 10mL 热饱和 $(NH_4)_2C_2O_4$（4.2%），如红色溶液变成橙色或黄色，则滴加 HCl（1 + 3）溶液直至颜色变成粉红色。静置过夜使沉淀沉降。用定量滤纸过滤上清液，并以 NH_4OH（1 + 50）溶液充分洗涤沉淀。将滤纸同沉淀一起置于原烧杯中，加入 125mL 水和 5mL H_2SO_4，加热至 70°C 以上，并用 0.1mol/L $KMnO_4$ 滴至初现浅粉红色，如溶液中有滤纸存在，会使颜色于数秒后退掉。

注：①甲基红指示剂：将 1g 甲基红溶于 200mL 乙醇中。

动物饲料（Cu、Fe、Mg、Zn、Mn）

FAAS 法[26]

样品的预处理有两种：

（1）、干灰化法：（不能用于复合矿物质饲料），于釉层完好的瓷皿中灰化 2－10g 样品，开始置于冷的高温炉中，逐步升温至 550℃，并保持 4h。冷却，加 10.0mL HCl（3 mol/L）用玻璃表皿盖好，缓缓煮沸 10min，冷却，过滤至 100mL 容量瓶中，并加水稀释至刻度。除 Ca 以外，对其它元素可能还需加入 0.1～0.5 mol/L HCl，进一步将样品溶液稀释至所需的分析浓度范围。而最终测 Ca 的稀释液必须含有适量 La 溶液用水稀至一定体积后 La 的浓度达到 1%

（2）、湿消化法：称取 2.500g 样品置于 500 或 800mL 凯氏瓶中，加入 20～30mL HNO_3，缓缓蒸沸 30～45min 以氧化所有的易于氧化的物质。溶液稍冷后加入 10.0mL 70%－72% 的 $HClO_4$，使溶液在十分缓慢的状态下沸腾，必要时调节火焰，直至溶液变成无色或几乎无色并出现浓厚的白色烟雾为止。应注意：无论何时都不容许溶液干涸。稍冷，加 50.0mL 水，煮沸赶去或残存的 NO_2 烟，冷却，稀释，滤入 250mL 容量瓶中，定容摇匀。

水貂饲料（K、Na、Ca、Mg、Fe）

FAAS 法[27]

将新鲜的混合饲料在 105℃烘箱中干燥，粉碎、磨细，过筛备用。制备样品溶液有下列两种方法：

（1）酸消解法：称取饲料样品1.000g于凯氏瓶中，加入5mL HNO_3浸泡过夜，再在沙浴上消化至无残渣后，加入混合酸（$HNO_3 + HClO_4 = 3 + 1$）10.0mL在沙浴电热板上继续消化至溶液呈无色或淡黄色。转移至50.0mL容量瓶中，用去离子水稀释至刻度，备用①。

（2）干灰化法：称取饲料样品1.000g于25.0mL瓷坩埚内，在电炉上缓慢加热至完全碳化，无烟后移至马弗炉内升温250℃灰化半小时，再升温至450℃灰化8h，冷却，取出，称重后加4mL HCl（1+1）使灰分溶解，过滤，洗涤，滤液移入50.0mL容量瓶中用去离子水稀释至刻度，供测试用①。

注：①H_2SO_4、HNO_3、HCl对Ca、Mg的吸收干扰严重，加入La和Na时，可消除此类干扰。

润滑油添加剂

（Ca、Ba、Zn、Mo、Mg、P、Fe、Cr、Cu、Mn、Ni、Pb、Si、Sn、Al、Ag、V）

ICP－AES法

对于新鲜润滑油，其粘度一般在5~20厘泊范围内取样时，只需将样品充分混匀即可；对使用过的润滑油样，当颜色较深和含有一定量的金属颗粒时，取样必须进行充分的混匀，对于较粘稠或有沉降物的油样，先要适当加热到50~60℃后再行样品均化和取样分析。

称取经过充分混匀的润滑油样品2.000~5.000g于塑料瓶中，以二甲苯按溶剂∶油=10∶1（m/m）稀释，充分混匀后将瓶盖紧等待测量。

5.4　催化剂类

催化剂（Ca、Fe、Ni、Si、Na、Sb、P）

微波消解—**ICP－AES法**[28]

称取0.200~0.500g样品于有解罐内衬中，加入1mL HF，7mL HNO_3（1+1 V/V），在消解罐上加上防爆膜旋紧顶盖放入微波炉内，开启红外扫描异常监控系统，将其温度控制限论为218℃，消解程序见表5－1

表5－1　微波消解条件

步骤	功率　MAX /%	斜坡升温 /min	压力 /Psi	温控 /℃	保持时间 /min
1	600W　100	06：00	400	180	06：00
2	600W　100	30：00	600	218	05：00

消解完毕后，当压力显示小于50 Psi时，打开消解罐，将试样溶液过滤至100mL容量瓶中，摇匀待测。

催化剂（Cr）

FAAS法[29]

催化剂预先烘干，再研细至小于120目，准确称取粉末样品0.100g（精确至0.0002g）于50mL烧杯中，加4mL　HNO_3 + 4mL　$HClO_4$，在电热板上加热至样品完全溶解，转入25.0mL容量瓶中，加入Na_2SO_3 0.6mL（5%）NH_4Cl　1mL①，用水稀至刻度，摇匀待测。

注：①NH_4Cl作为干扰抑制剂，Na_2SO_3作为还原剂将Cr^{+6}还原成Cr^{3+}，因Cr^{3+}的吸光度大于Cr^{6+}。

催化剂（$SiO_2 - Al_2O_3$）（Fe）

FAAS法[30]

称取0.500g样品，加2g Na_2CO_3，3g硼砂在500~800℃马弗炉中加热约20min，出现熔融状态后冷却，

加 30mL HCl，加热至 HCl 蒸干后冷却。再加 20mL HCl 加热，生成 SiO_2 并过滤，取清液用水定容至 100mL，摇匀，待测。

润滑油添加剂（Mg）

ICP – AES 法

称取经过充分混匀的样品 0.010g 于石英杯中，置于电炉灰化后，转入高温炉，在 600℃下灼烧至残碳消失。将盛有灰分的烧杯放在电炉上微热后，加入 5mL HCl（1 + 1）加热溶解。待溶液蒸至 2mL 左右时，停止加热，取下冷至室温后，将溶液定量转移至 50.0mL 容量瓶中，用水稀至刻度，摇匀备用。

催化剂（Ni）

高压溶样 **FAAS** 法[31]

称取已磨细试样 0.200g 置于压力溶弹内的聚四氟乙烯杯中，加王水 3mL，将压力溶弹密封后，放入 180℃ ± 10℃的烘箱内，恒温 4h，取出冷却，移入 100mL 容量瓶中，加水稀释至刻度，待测。

标准系列配制成含 Ni、40、80、120μg/mL①。

注：①因催化剂主要成分为 Si、Al、Ni、Mo、P 等元素，分解样品时大多采用碱溶法，该法不仅耗去大量试剂，且易污染。故采用压力溶解处理样品。

催化剂（Ni）

FAAS 法[32]

称取 0.5000g 样品，加入 2g Na_2CO_3，3g 硼砂，混合，加热约 20min，熔融状态后取出冷却，加入 30mL HCl，加热至 HCl 蒸干，冷却，再加入 20mL HCl 并加热，过滤除样 SiO_2，清液用水定容至 100mL，摇匀，待测。

钯/碳催化剂（Pd）

分光光度法[33]

视样品中钯的含量，称取一定重量的试样（精确到 0.002g）于 100 mL 石英烧杯中，放至高温炉中缓慢升温至 850℃恒温 1h，高效氧化后，加入新配制的王水 20mL，置于控温电热板上低温加热至反应平缓后，逐渐提高温度，直到试液干涸，再加入王水重复上述操作二次后，加入 5mL HCl 和 200mL 水，加热溶解至透明，冷却后转移至 100mL 容量瓶中，加水稀释至刻度摇匀，得到待测溶液。在波长 410nm 处比色皿厚度 10mm 下，读取吸光光度值。

Al_2O_3 基催化剂（Pt、Pd）

ICP – AES 法[34]

准确称取 0.5g（准确至 0.0001g）混匀磨细至 100 目左右的试样，置于 100mL 烧杯中。加入 5mL 王水，适当加热并蒸至近干，重复 3 次，以 HCl 赶 HNO_3，最终保持 5% 的 HCl 酸度。也可加入 5mL H_2SO_4，加热至样品全部溶解，转移至 100mL 容量瓶中，以水定容，同时作空白试验①。

注：①采用王水溶样和采用 H_2SO_4 溶样，测定结果相符。

催化剂（Sb）

FAAS 法[35]

称取 0.150g（精确至 0.0002g）催化剂，加入 8mL H_2SO_4，20mL HF，加热溶解并蒸干，冷却后加入

10.0mL HCl，加热溶解并浓缩至4－5mL①，冷却后用去离子水转移至25.0mL容量瓶中待测②。

注①样品加入HCl后，不能完全蒸干。

②标样基体必须与样品一致。

铝基催化剂（Fe、Cu、Ni、Zn、Pb、Mg）

FAAS法[36]

称取0.200g经研细的催化剂样品（具体称样量视样品含量而定），置于高压溶样器中，加入3mL HNO_3，0.5mL HCl，1mL水，按使用方法将高压溶样罐密封好，放入180±10℃的烘箱中，恒温2h。取出冷却，将试液移入25.0mL容量瓶中，用去离子水稀释至刻度，待测定，同时制备空白试液①。

将上述溶液取出2份各5.0mL，分别置于10.0mL容量瓶中，其中一份加入镧溶液（5%）1mL用以测定Zn、Mg、Pb，在另一份中加入0.2mL钙溶液（1%），用以测定Fe、Cu、Ni均用水稀至刻度，待测。

注①试验所用玻璃器皿和聚四氟乙烯杯均用王水稀释3倍的溶液煮沸10min，再用重铬酸钾－硫酸洗液浸泡10～20min，使用前须用去离子水冲洗干净。

催化裂化原料油（V、Cu、Fe、Na、Ni、K）

GFAAS法[37]

称取10.000－30.000g油样置于瓷皿中，加入3～5mL H_2SO_4，低温缓慢加热，蒸发去除油中轻组份。为防止蒸发过程中的喷溅损失，在油上加盖漏斗形无灰滤纸，蒸干至无浓烟，将其在550℃±20℃灼烧除炭，冷后加入5mL H_2SO_4（1+1）加热蒸至近干，稀释至一定体积摇匀待测。

催化剂（Zr）

FAAS法[38]

称取适量催化剂于聚四氟乙烯杯中，用HF和王水分解样品，在HCl①（1.2mol/L）中加入2mg/mL的NH_4Cl作为增感剂，再加1mg/mL $AlCl_3$作为释放剂和消电离剂，用水稀释至一定体积，用标准曲线法进行分析。

注：①HCl可增加Zr的灵敏度，而含氧酸则会导致Zr生成难蒸发的ZrO_2。

②由于测定Zr时干扰较大故可加过量$AlCl_3$作释放剂。

净水剂（Pb）

FAAS法[39]

称取净水剂样品3.500g于25.0mL具塞比色管中，用适量去离子水溶解，加入3.0mL HNO_3，在沸水浴上消化2.0h，取出冷却，定容至25.0mL，摇匀，待测①。

注：①净水剂品种很多，有碱式氯化铝、氯化铁、无水氯化铁、固体聚合硫酸铁、固体聚合氯化铁、硫酸铝、流体硫酸铝等，成分比较复杂，基体干扰也不同，故采用标准加入法测定。

5.5 油及油漆类

原油（Cu、V、Fe、Ni、Pb）

AAS法[40]

称取试样10.0～25.0g于50mL瓷坩埚中，盖上无灰滤纸引火帽，在电炉上慢慢加热（含水样品需先除去水分），点燃烧成残碳后置于550℃±20℃的马弗炉内灼烧，待灰化完全之后取出，冷却加入5mL HCl

(1+1)，2mL HNO_3（1+1），在电炉上溶解后，移入25.0mL容量瓶，用蒸馏水稀至刻度，待测。

原油（Fe、Ni）

FAAS法[41]

称取油样10.000g左右于石英烧杯中，在电炉上加热，待油气出现时，点火，使油样自然燃烧至火自熄，放入高温炉中于550℃除尽残碳，然后降温，冷却，加入8mol/L HNO_3 10.0mL在电炉上加热溶解灰分，蒸发至约剩2mL转移到25.0mL容量瓶中，用水稀至刻度，摇匀备用①。

注：①此方法还可以测定渣油及蜡油中Fe的含量。

原油（Ni、Co、V、Pb）

ICP－AES法[42]

称取原油5.000g于瓷坩埚中，在电炉上缓慢加热，除去水分。逐渐升高温度至样品冒浓烟，点火至烧尽并全部炭化。放入马弗炉中升温至200℃，保持5min；升温至350℃，保持15min，再升温至500℃，保持6h，冷却过夜。样品加入数毫升2% HNO_3，加热溶解，并用2% HNO_3 转移并定容至25.0mL容量瓶中待测。溶液应无色，透明无沉淀物。

油漆（Pb）

FAAS法[43]

将油漆放入已恒重的称量瓶中，快速称重后置于105℃烘箱中烘干，用减重法求出挥发物的百分数。将烘干后的油漆置于玛瑙研体中研细，转入称量瓶中备用。

称取研细的样品0.100g置于50.0mL烧杯中，在电炉上加热，除去有机物，再转入高温炉中在400℃灼烧1h，取出，冷却后加入40mL $HNO_3$①，置电热板上加热溶解并蒸发，待体积浓缩至约10.0mL时，取下，冷却后转入100mL容量瓶中，用水稀释至刻度。摇匀。如有残渣可进行过滤，根据含量适当稀释，摇匀待测②。

注：①HNO_3 为（1+1）

②采用标准加入法进行测定。

油漆（Pb）

FAAS法[44]

消化样品使用的特制加热装置是在一块铝块上钻有16个孔（孔深7.5cm）能放置16×150mm试管16支。放在电热板上，电热板可控温，能加热到160～170℃。也可用沙浴代替铝块。

用注射器把约0.6g（0.3mL）混合均匀的油漆样品注入16×150mm试管底部，准确称量。加入5±0.2mL HNO_3 和2片沸石，同时做空白溶液。置于铝块或沙浴上，在90～100℃加热，要使管内液面稍高于加热器表面。发烟开始减少后，提高加热温度，直到蒸汽在试管端部1－2cm处发生凝集为止（此时加热温度达到160～170℃），保持此温度3h，冷却到50～60℃，全部转入25.0mL容量瓶（包括沉淀和沸石），用4×4mL水把试管冲洗干净，用水定容，摇匀，沉降0.5～1h。将上面漂浮的不溶物用吸管除去待测。测定时不要吸入沉淀。

油漆（Mn、Co）

FAAS法（乳化技术）[45]

准确称取0.5g左右油漆样品于烧杯中，加入10.0mL HNO_3（1+1），置电炉上加热至近干（约5min），

在加热过程中，样品中的不溶无机物（为不溶于酸的填料、着色颜料）以沉淀析出，样品中的有机物形成结块。加5mL混合溶剂①溶解结块及加入少量水，继续加热几min，将再次形成的油漆结块转入另一个烧杯中。在原烧杯中加入5mL HNO_3（1+1），适度加热后过滤于25.0mL比色管中。在装有油漆结块的烧杯中加入5mL混合溶剂溶解油漆结块；将溶液转入比色管中，用5.0mL Tween-80②溶液及少量水分数次洗涤该烧杯，其洗液也转入比色管中，用水定容，振动1min，即可获得一均匀的样品乳浊液。此乳浊液可稳定约12min。同时配制空白溶液。

注：①混合溶剂：丙酮+苯=1+1（V/V）。

②Tween-80为乳化剂

油漆刮屑（Pb）

FAAS法[46]

为除去漆屑上的全部泥灰，将漆屑放在盛水的烧杯中浸泡24h，然后用快刀刮去变软的泥灰。称取0.100g烘干的漆屑试样于30mL Vycor坩埚中①。将坩埚放入冷的炉子中，然后升温到500℃灰化1h。冷却灰份并加4mL 7.5mol/L的HNO_3。加热坩埚中溶液至沸，蒸发至约一半的体积。用水定量转移溶液至100mL容量瓶中，稀释至刻度。静置容量瓶至上层溶液澄清或离心容量瓶中的溶液。将上层清液喷入火焰中。

注：①Vycor坩埚即耐热耐蚀玻璃坩埚。

油（V、Cr、Mn、Fe、Ni、Cu、Zn）

能量色散X射线荧光分析法[47]

称取将1.300g的油样与1.1g氧化镁粉末置坩埚中混匀。如果油样粘度太大，可预先将油样在60-70℃预热，并将坩埚放在加热器上加热至260~270℃，为加热均匀，可不时进行搅拌，20min后取下，将其研磨成均匀粉末，在$1960\times9.8\times10^4$Pa的压力下压成2.5cm直径的圆片，放在衬有边拉膜的样品杯中，装入X射线荧光光谱仪进行测量。用同样方法制备油标样。此方法称之为氧化镁吸收油热分解制样法，原理是油与氧化镁的混合物加热15min后，变成暗褐色，当加热20min时，有机物进一步氧化，油的重量将丢失97.6±0.2%，再进一步加热油重量100%的丢失，但对于待测元素的测定结果却无影响，当加热时间不超过20min时，可以将压片压的很结实，并且容易从压片模具中取出，这可能是由于少量有机物的存在对氧化物粉末起到了粘结剂的作用。

5.6　金属材料及化合物

八氧化三铀（Al、Ca、Cr、Cu、Fe、Mn等13种元素）

色谱分离ICP-AES法[48]

称取1.100g U_3O_8，置于白金坩埚内，加3mL 5.5mol/L HNO_3溶液及5滴H_2O_2，在红外灯下加热溶解并烘干，用4mL HNO_3溶液溶解干渣。将溶液转移至树脂柱上，以0.3~0.4mL/min流速吸附铀，弃去最初的4mL流出液，以5.5mol/L HNO_3溶液淋洗杂质，收集13mL流出液进行ICP-AES测定。

钨产品（As、Al、Co、Cr、Mg、V、Cd、Ca、Cu、Fe、Mn、Ni、Sn、Mo、Ti）

ICP-AES法[49]

称取0.500~1.000g钨试样于100mL烧杯中，依次加入10.0mL氨水，5.0mL　20%柠檬酸铵和20%适量水，盖上表皿，缓慢溶解到溶液清亮，冷却转至50.0mL容量瓶中，用水稀到刻度。

混合苯（As）

分光光度法[50]

吸取混合苯样品 2.0mL 于 100mL 凯氏瓶中，加入 H_2SO_4（5 + 2）5mL，滴加 4mL HNO_3，加玻璃珠 3 粒，徐徐加热至无黄色烟雾产生，滴加少量 $HClO_4$，至消化液呈无色透明，再提高温度加热 30min，赶尽 HNO_3 和 $HClO_4$，冷却后作为试样溶液。采用二乙基二硫代氨基甲酸银分光光度法测定 As。

氯化钯（As）

GFAAS 法[51]

称取 0.500g 试样于 50.0mL 烧杯中，以水润湿后，加入（1 + 1）HCl 3mL 低温加热溶解，冷却，移入 100 mL 容量瓶中以水定容。吸取 2 ~ 4mL 试液于预先加有质量浓度为 50g/L 抗坏血酸①0.5mL、（1 + 1）HCl 2mL 的 10.0mL 比色管中以水定容。于原子吸收光谱仪按实验方法中确定的仪器工作条件和石墨炉升温程序测定吸光度，以工作曲线法计算 As 的含量。

工作曲线的绘制：分别配制 As 浓度为 0，5.0，10，20，30，40，50 mg/L 标准系列，按实验方法测量其吸光度，绘制工作曲线。

注：①抗坏血酸作基体改进剂。

磷酸（As）

HG - AFS 法[52]

准确称取 2mL H_3PO_4 样品于 100mL 烧杯中，加 10.0 mL 水和 5mL HCl，加热煮沸 1 ~ 2 min，冷却，转入 50.0mL 装有 5mL 硫脲，抗坏血酸混合溶液的容量瓶中，用水稀至刻度，放置 30 ~ 40 min 备测①。

注：①因 H_3PO_4 比重大，粘度大，故用 HCl 处理，用 5% ~ 30% 的酸度，5 ~ 20 g 抗坏血酸混合液。HCl 载流为 10% ~ 20%（V/V）

硫化物（Au）

萃取 - **FAAS** 法[53]

称取 10.000g 硫化物样品于瓷坩埚内，在 300℃下灼烧 0.5 ~ 1h，再升温至 650℃灼烧 1h 左右①，冷却后，转入 250 mL 磨口三角瓶中，加入 60 mL 王水（1 + 1），加热至微沸，并保持 1h，冷却，加水至 100mL，加泡塑②一块塞上塞，在振荡器上振荡 0.5h，取出泡塑，用冷水洗净，放入 25.0mL 比色管内，加入 10.0 mL 10g/L 硫脲 + 0.12 mol/L HCl 溶液，加盖于水浴上保温 0.5h 取下，用大头玻璃棒多次挤压泡塑后，取出泡塑，摇匀，待测③。

注：①若还有 S 存在应继续延长灼烧时间，否则由于硫的存在会导致结果偏低。

②泡塑体积为 1.5cm × 1.5cm × 3cm，重约 0.25g 使用前应处理干净。

③此法也适用于含有机物高的样品如土壤等。

烧碱（Ca）

FAAS 法[54]

称取试样 100.000g 置于 250mL 烧杯中①，将 85mL HCl②缓缓加入烧杯中，边加酸边冷却，待溶液冷却至室温，将溶液全部移入 200mL 容量瓶中，用二次蒸馏水稀释至刻度，摇匀，待测。

注：①使用的器皿及环境必须洗净以免沾污。

②HCl 必须使用高纯的，含 Ca 质量分数必须小于 0.000035%，水也应使用二次蒸馏水，保证水

中的 Ca 非常低。

工业硅（Ca）

FAAS 法[55]

称取 1.000g 试样于 100mL 铂皿中，加入 20mL HF，低温下小心滴加 8mol/L HNO_3 至试样完全溶解并蒸发，再逐渐升高温度使酸烟冒尽，加 6 mol/L HCl 4mL，去离子水 10.0mL，微波使盐类溶解，冷却，加入 10.0mL① 200mL/L 的四丁基氯化铵溶液，定容至 200mL 摇匀，待测。

注：①在标液和试液中加入四丁基氯化铵可以提高 Ca 的灵敏度，尚可消除干扰。（> 80mg/L 的 Fe 对 Ca 有干扰）

铝矾土（Ca、K）

FAAS 法[56]

称取 0.100g 样品置于铂皿中，加少量水润湿，加 2mL HNO_3，5mL $HClO_4$，10.0mL HF，加热分解至冒尽白烟，取下，稍冷，加 3mL $HClO_4$ 继续加热至冒尽白烟，取下，冷却。加 2mL HCl 加热蒸干，取下，冷却，加 2.5mL HCl，10.0mL 水，低温加热至盐类溶解，取下，冷却，然后用蒸馏水转移至 100mL 容量瓶中，摇匀，待测①。

注：①用此方法处理的铝矾土还可以测定 Mg.

参质钛酸钡单晶体（Ce、Pr、Nd）

ICP – AES 法[57]

称取 100.00mg 研细的参质钛酸钡单晶体，放入聚四氟乙烯坩埚中，加入 5mL HCl，于烘箱中在 170 – 180℃下加压消化 2.5 ~ 3h，冷却后用 40mL 水移入 100mL 烧杯中，边搅拌边滴加 6% 的铜铁试剂，到沉淀凝聚成块为止。过滤，用 10% HCl 洗涤沉淀，将滤液及洗液蒸发至约 2mL 体积，冷却，移入 10.0mL 比色管中，用水定容摇匀待测。

三氧化二砷（Cl^-）

目视比浊法[58]

试样应在 105℃下干燥 1h，并在干燥器冷至室温。试样的称取及过氧化氢的加入量见表 5 – 2。

表 5 – 2　称样量与过氧化氢加入量*

Cl^-（w/%）	称样量（m/g）	H_2O_2 加入量（V/mL）
0.0005 ~ 0.005	0.5000 ~ 2.000	5 ~ 10
0.005 ~ 0.10	0.0500 ~ 0.5000	3 ~ 5

*使试样中的氯离子含量控制在 10 ~ 50μg 之间。

将试样置于 100mL 烧杯中，加入 HNO_3（1 + 2）10.0mL 及规定量的 H_2O_2，随即加硝酸银溶液 3mL，摇匀，于电炉上加热至微沸，并保持微沸状态 3 ~ 4min，（应注意避免试液剧烈沸腾，如烧杯内壁四周有固体试样粘附，用玻璃棒搅动使其进入溶液中）。为确保试样分解完全和氧化，可在此过程中再补加 H_2O_2 1 ~ 4mL。取下试样溶液，稍冷，转入 25.0mL 比色管中，用适量水洗涤 2 ~ 3 次，洗液并入主液中，用水稀释至刻度，摇匀，放置 10min 后于 1h 内对照标准浊度液进行目视比浊①。

注：①砷化物有剧毒，试验应在通风厨内进行，室内保持良好通风，废液要妥善处理。

高纯硝酸银（Cu、Fe、Pb）

FAAS 法[59]

称取高纯 $AgNO_3$ 1.000g，溶解后用选定的液膜富集件进行预处理：外相的 pH = 4.5，内相的酸度 3mol/L HNO_3，5% P 204 磷酸二异辛酯，5%N 205 表面活性剂（聚双丁二酰亚胺）Roi 为（1 + 1）①，Rew 为 20 + 100②，高纯硝酸银中的微量铜、铁和铅被流动载体 P 204 迁移内相 HNO_3 溶液中，用液膜富集 8min 后，HNO_3 溶液中该种离子的浓度将提高约 25 倍。可直接用火焰原子吸收法测定，采用标准加入法来消除基体干扰。

注：① Roi 为油内比是乳状液油相与内水相体积比。

②Rew 为乳状液与被处理的试液体积之比。

络合物（Fe）

FAAS 法[60]

本法适用于 EDTA、HEDTA、DTPA、DPS 和柠檬酸络合的铁，不适于混合肥料或含有除 Fe 外的其它未络合金属的样品。

样品溶于水，调节 pH = 8.5，非络合的铁以 $Fe(OH)_3$ 沉淀除去，络合的 Fe 用 AAS 测定，采用 Na_2EDTA 配制标准溶液。

称取部分样品（内含 Fe 约 40g）置于 200mL 高型烧杯中，加 2 ~ 3 滴乙醇润湿样品，加 100mL 水溶解。加 4 滴 H_2O_2（30%）混匀。用 0.5mol/L NaOH 调 pH = 8.5（如果 pH 漂移到 8.8 以上，弃去此液，重新制样），把溶液转入 200mL 容量瓶，用水稀释定容，摇匀过滤（定量滤纸），移取 10.0mL 样液于 200mL 容量瓶，用 0.5mol/L HCl 稀释定容，待测，同时带试剂空白溶液。

工业硫酸（Fe）

FAAS 法[61]

称取 5.000g 左右样品于 100 mL 烧杯中，在沙浴上小心蒸发至干①，冷却。加 5mL HNO_3 和 25mL 水，加热溶解残渣，再蒸发至干。加 1.25mL HNO_3 和少量水溶解残渣，冷却后转入 25.0mL 容量瓶中，以水稀至刻度，摇匀，待测。

注：①溶解样品时，温度不应过高，升温也不易过快，否则结果偏低。

碳化硅（Fe、Al、Ti、Mg、Ca、K、Na）

ICP – AES 法[62]

酸溶法：（SiC 含量 > 95%）：称取 0.200g 试样于铂皿中，加 2mL HNO_3，0.5mL H_2SO_4 和 10mL HF。加热至 SO_3 白烟冒尽，加 10mL HCl（1 + 1）加热溶解盐类。冷却后定容 100mL，澄清后进行 ICP – AES 测定 Fe、Al、Ti、Mg、K、Na 等元素。

碱熔法：（SiC < 85%）：称取 0.200g 样品（先于 750 – 800℃灼烧 1 – 2h，除去游离 C）于铂金坩埚中，加 2.5g $K_2S_2O_7$ 于 750 ~ 850℃熔融 10 ~ 15min。用近沸的 HCl（1 + 9）浸取。冷却后定容 250mL，澄清后进行 ICP – AES 测定。

微波消解法：称取 0.200g 样品于聚四氟乙烯消化罐中，低温下加 5mL HNO_3，2mL HCl 和 2mL HF，盖盖，以 80%的功率微波密闭消化 30min，冰水冷却后，加 10mL HBO_3（15%）盖盖，以 50%功率做微波密闭消解 10min，冷却后定容至 50.0mL，澄清后进行 ICP – AES 测定（石英炬管）。

钨酸铅（Fe、Cu、Mn、Co）

ICP－AES 法[63]

称取研磨成粉状的样品 1.000g 于 100mL 烧杯，加硫酸铵 8.0g，H_2SO_4 15mL，加热至样品溶解（约 1.5～2.0h），取下冷却，加水稀释（析出的沉淀为硫酸铅和钨酸）定容于 100mL 容量瓶。混匀静置，上层清液用等离子体发射光谱测定。

氯锡酸铷、氯锡酸铯（K、Rb、Cs、Sn）

FAAS 法[64]

称取 2 份 0.100g 样品置于两个小烧杯中，分别加入 5mL HCl（1＋1），2mL H_2O_2 和少量水，在温电热板上（不超过 100℃）加热至样品全溶，1 份转入 100mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀，此份为样品溶液 A。另一份转入另一 100mL 容量瓶中，（内含 10.0mL HCl（1＋1）和 1mL KCl 电离抑制剂 50mg/mL），用水稀释至刻度，摇匀。此为样品溶液 B，供直接测定 Sn 用。

分取适量溶液 A，转入 50.0mL 容量瓶中，加入 1mL NaCl 电离抑制剂（50mg/mL），用水稀释至刻度，供测定 K 用；再分取适量溶液 A 转入 500mL 容量瓶中，加 2mL KCl 电离抑制剂（50mg/mL），用水稀释至刻度，供测定 Rb 和 Cs 用。

氟钽酸钾（Nb）

分光光度法[65]

取 0.500g 磨细的氟钽酸钾试样于 120mL 塑料杯中，加入 1mL（1＋1）HF，5.5mL（1＋1）HNO_3，用塑料棒将样品散开，加入 33mL 沸水，搅拌使其溶解完全，冷至室温。将试液流入已准备好的交换柱中①，用每次 10mL 0.2mol/L　HF－1mol/L HNO_3 溶液洗杯壁及淋洗交换柱两次，再用 30mL 同一溶液淋洗。将交换液及淋洗液均收集于同一 120mL 铂皿中，加 4 滴（1＋1）H_2SO_4 及 1～1.5mL $HClO_4$，冒烟至干，取下冷却，加入 2mL 50g/L 酒石酸浸取，用热水将试液转移至 25.0mL 比色管中，加入 3－4 滴 20g/L 抗坏血酸，摇匀，加入 5mL 0.10g/L DSPCF 溶液，摇匀，将比色管置于沸水浴中煮沸 1min，取下加入 5 滴亚硝酸钠溶液（150g/L），冷却至室温，用水稀释至刻度，充分摇动使气泡逸出。用 3cm 比色皿在 660nm 处测其吸光度（用水做参比液）。

注：①阴离子换柱：内径 8～10mm，长 200～250mm 的聚乙烯管制成，一端拉成毛细管（长 600－700mm），内填入聚乙烯丝 5～6mm，再装入 7.5mL 用水膨胀润湿的强碱阴离子交换树脂（苯乙烯型 201×8 上试），调整流速为 1.0～1.5 mL/min，使用前用与交换液相同的混合液（0.2mol/L　HF－1 mol/L　HNO_3）淋洗 40～50mL。

钛白粉（Pb）

GFAAS 法[66]

称取 0.100g 钛白粉样品于消化罐中，加入 2mL HNO_3（1＋1），1mL HF（1＋1），拧紧罐盖，放入微波炉中，设置控制压力为 500kPa，微波消化程序为 350W、150s、500W、300s、600W、450s，消化结束。冷却后取出消化罐，打开罐盖，加入 1mL 硼酸（2%），然后将试液转入 100mL 聚乙烯容量瓶，用水稀释至刻度。用 GFAAS 法进行测定。

PET 树脂（Sb）

GFAAS 法[67]

PET 树脂即为包装食品的聚对苯二甲酸乙二醇酯树脂的简称。PET 及其成型品，由于在生产过程中用

Sb_2O_3 作催化剂，因此要测定 PET 中的残留 Sb。

树脂：称取 4.000g 样品于 250mL 带有回流装置的烧瓶中，加入 100mL 4% 乙酸，接好冷凝管，在沸水浴中加热 2h，立即用快速滤纸过滤，并用少量乙酸溶液（4% V/V）洗涤残渣，合并滤液并定容至 100mL，备用。

成型品：按成型品表面积从 $1cm^2$/2mL 的比例，用 4% 乙酸溶液浸泡，在 60℃/min（受热容器则为 95℃/30min）取浸取泡液作为试样溶液备用。用石墨炉原子吸收法测定。

注：①样品溶液在室温下放置 24h，对测定结果无影响，但放置 72h 后结果偏低 23%，放置 240h，结果偏低 37%，估计可能是玻璃吸附 Sb 所致。

聚丙烯（Ti）

GFAAS 法[68]

称取样品 3.000g 置于石英坩埚中，在可控温电炉上加热，消化，待烟冒尽炭化完全后转移到马弗炉内，于 650℃下（约 1.5h）灼烧至完全，待冷却取出并加 10.0mL HCl（1 + 1），缓慢加热蒸发至 2mL 左右，冷却后移入 25.0mL 容量瓶中，并用 0.5% 的 HNO_3 定容至刻度，摇匀待测。

聚合松香（Zn）

FAAS 法[69]

将粉碎后的松香过 80 目筛，称取 0.500g 样品置于 50.0mL 锥形瓶中，加入 20mL 乙醇，水浴微热使之溶解完全，用玻璃引流定量转移至 50.0mL 容量瓶中，用乙醇稀释至刻度，摇匀待测。

聚合松香是松香的二次加工的重要产品，是调制高级油漆、高档油墨的良好的配料，还可以作助剂，要求聚合松香中 Zn 的含量不超过 60 μg/Kg，用 FAAS 测定是很理想的方法。

镀锌钢丝（Zn）

FAAS 法[70]

为使所取试样具有代表性，本试验取试样长度约 30mm，并准确测量长度至 0.1mm，截成若干段，端头用清漆封住。在 400mL 烧杯中加入 25.0mL HCl，2.5mL HCl – $SbCl_3$，将试样逐根浸没在试液中，以氢气的剧烈逸出的停止作为溶解过程的终点，用流水冲洗溶解完毕后的试样并迅速擦净干燥。在反应后的试液中加入适量的水，加热煮沸，冷却至室温后转移至 250mL 容量瓶，用水稀释至刻度，待测。

仲钨酸铵（多元素）

ICP – AES 法[71]

称取 2.000g 样品于聚四氟乙烯烧杯中，加入 10.0mL H_2O_2，盖盖，置于电热板上加热，保持微沸至样品完全溶解，（必要时可补加 H_2O_2）然后加入 10.0mL NH_4OH，继续加热 20min 后，加入 5mL HCl – HNO_3（1 + 1）加热，加入 20mL 沸水搅拌均匀。稍冷后，转移至 50.0mL 容量瓶中定容，摇匀，静置澄清后进行 ICP – AES 测定。

本方法还可用于钨酸及三氧化钨中杂质元素分析。

碳酸钙、碳酸锶、碳酸钡（硝酸根）

FAAS 法间接测定[72]

称取 0.500g 样品于 200mL 锥形瓶中，加约 10.0mL 水，5mL HCl（1 + 1），待 CO_2 气体冒尽后，移入 100mL 容量瓶中，以水稀释至刻度，摇匀备用。

5.7 其它

聚丙烯树脂（Al、Ti）

FAAS 法[73]

准确称取 100.0g 聚丙烯树脂于石英烧杯中，炭化，但不能着火，至无烟，然后移入高温炉在 550℃温度下灰化完全，取出冷至室温，加入 10.0mL HCl（1 + 1）溶解至透明，冷却后定量转移入 25.0mL 容量瓶中稀释待测。

羊毛（Al、Ba、Cr、Cu、Hg、Sr、Sn、Zn）

AAS 法

样品处理：在称重之前，在恒湿房间中使羊毛试样至少平衡 24h，准确称取羊毛试样（约 0.3g），与 5mL 恒沸 HCl 密封于厚壁硬质玻璃管中，放入 110℃的通风烘箱中加热 20h，冷却后，充分摇动试管，然后小心开启。

不含金属羊毛：用 800mL Na_2EDTA 溶液轻轻地振荡清洗羊毛（30g）3 天，用水彻底漂洗后，再用 Na_2EDTA 溶液浸洗一次。

玻璃及粘土（Al）

FAAS 法[74]

准确称取在 110℃烘干 1h 的玻璃或粘土①0.05 ~ 0.25g（视样品中 Al_2O_3 含量而定）置于铂皿中，加入少量水润湿，滴加 10 滴 H_2SO_4（1 + 1）再加 10 ~ 15mL HF（40%），在低温电炉上加热蒸发近干（冒 H_2SO_4 白烟）②，冷却后，用水吹洗皿壁，再滴 10 滴 H_2SO_4（1 + 1）重复处理一次，蒸发至近干，冷却后加入 2mL HCl，4mL H_2SO_4（1 + 1）和 30 - 40mL 水，加热使残渣全部溶解，冷却，将溶液转入 100mL 容量瓶中，用水稀至刻度，摇匀待测。

注：①本法可测定平板玻璃，玻璃球、粘土及长石等样品中的 Al。

②H_2SO_4 存在会降低 Al 的吸收，当溶液中含有 2% 的 H_2SO_4 时，对 Al 无干扰。

烟叶（烟碱）

AAS 法[75]

将烟叶样品除去灰尘，先后用自来水，蒸馏水冲洗。晾干后，置烘箱处于 80℃烘干、捣碎、过 80 目筛，混匀。对于香烟样品除去过滤咀及卷烟纸，将烟丝干燥后捣碎、过筛、混匀，置广口瓶中保存。

称取 0.500g 样品于 100mL 锥形瓶中，加入 30mL 0.5 mol/L HCl 溶液小心煮沸 8 min，趁热抽滤，洗涤烟渣及容器 2 ~ 3 次，将滤液和洗液转入 100mL 容量瓶中，加入适量 1.0 mol/L NaOH 溶液，用水定容，使试液最终酸度为 0.05mol/L HCl。

取 1 ~ 2mL 烟丝试液于 10.0mL 磨口刻度离心管中，加入　3.0mL0.1mol/L HCl 溶液，2.5mL 1.52 % 雷式盐溶液，摇匀，放置 60 min，离心分离，将沉淀洗涤 2 ~ 3 次，用 1.0mL 丙酮溶解，除去有机相后转入水相，于其中加入 1.0mL 内标 - 载体混合液，2.0mL 25% HCl 溶液，用水定容至 25.0 mL 容量瓶中，摇匀，分别取 80μL 标液或试液，滴加到已封闭好的平台石墨电极上，烤干后分析 Cr 283.5nm，内标线 Bi 289.8 nm。

石英砂（Al、Fe、Mn、Mg、Ca、Ti、Ba、Zn、Bi）

ICP－AES 法

称取 2.000g 白色石英砂，置于增压溶样器中，加入 10.0mL HF、2mL HCl 在 150℃下溶解 10h，取出冷却，转移至铂坩埚中，在低温电炉上慢慢挥发至近干时，加入 0.1g 高纯硼酸及 4mL H_2O，加热溶解，冷却，转移并定容至 10.0mL，摇匀，待测。

石英砂

（Al、B、Ca、Co、Cu、Fe、K、Li、Mg、Mn、Na、Ni、Ti）[76]

称取样品 5.000g 样品（150 目）于微波消解罐中，加 1mL 甘露醇溶液（5g/L），30mL HF（d = 1.19）后放于微波消解炉中①，微波消解 1h，使样品完全溶解，冷却后，将其转移至铂坩埚中，在垫有石棉板的电炉上低温蒸干，加 HNO_3（1 + 1）2mL 溶解残渣，并用水定容于 10.0mL 比色管中。

注：①微波消解条件，按美国 CEM 公司 MDS－2100 微波炉设定功率 50%，控压：40 psi（276 Kpa）。

石英容器（Al、Fe、Ca、Mg、Zn、Cu、Sn、Cr、Mn）

ICP－AES 法

将坏裂的石英坩埚片粉碎成粉末，放入烧杯中，加 10.0mL HCl 和 20mL H_2O，加热，煮沸几分钟，冷却后倒去 HCl，再用去离子水清洗几次，直至中性，置于有机玻璃箱中的红外灯下烘干。称取 2.000g 石英粉，置于增压溶样器中，加入 10.0mL HCl，在 150℃下溶解 10h，取出冷却，转移至铂坩埚中，在低温电炉上慢慢挥发至近干时，加入 0.1g 高纯硼酸及 4mL H_2O 加热溶解，冷却，转移并定容至 10.0mL，摇匀，待测。

石脑油（As）

萃取分离 **GFAAS** 法[78]

根据石脑油中不同的 As 含量决定取样多少（1～130 ng/mL 的石脑油可取 20～200mL）。将样品置于分液漏斗中，加入 1% I_2－甲苯溶液 0.5mL，振荡后再加入 20mL 5% HNO_3，充分振荡后使被 I_2 氧化，以 As 化物的形式萃取至稀酸中，分出水相，再按以上操作重复萃取一次。合并两次萃取液，加入 0.1－0.5mL $Mg(NO_3)_2$①溶液（要求测定液含 Mg 500μg/mL），上述溶液在电热板上蒸干后，根据溶液浓度不同，加入 2mL 1% HNO_3 或者 5mL 1%的 HNO_3（或 10.0mL）定容后，摇匀，备用。

注：①Mg 必须在加热萃取液之前以 $Mg(NO_3)_2$ 的形式加入，作为测 As 的基体改进剂，否则 As 将大量损失。

蜡烛（As、Se、Cr、Ba、Pb、Cd）

GFAAS 法[79]

称取粉碎的蜡烛样品 0.100g 于高压密封消化罐中，加入 1mL HNO_3 和 0.3mL $HClO_4$ 摇匀后用开闭器将消化罐关紧，于 160℃烘箱内加热 3h，然后冷却至室温。打开消化罐，以水将溶液转移至 5.0mL 塑料容量瓶中，加入 0.2mL 镍溶液（1mg/mL），然后以水定容，摇匀，经离心机离心后，取上层清液于石墨炉原子吸收法进行测定。

灼烧法：称取蜡烛样品 0.500g 于煤气灯上小火燃烧完全后，移入 450℃马弗炉中恒温 1h，然后再用 HNO_3－$HClO_4$ 湿法消解并可完全溶解样品，但此法只适于 Pb、Cd、Cr、Ba 元素。

湿法消化：称取 0.500g 样品，加入 2mL H_2SO_4 于煤气灯上加热后，滴加 HNO_3 至碳化完全，用此法亦

能消解样品但操作时间长，耗酸量大。

保偏光纤应力棒（B_2O_3）

ICP－AES 法

将保偏光纤的玻璃外层磨掉，只剩下应力棒（主要组成是 SiO_2、B_2O_3、GeO），将应力棒粉碎成细粉末。将粉碎好的样品放在 100mL 烧杯中，加入 HCl 30mL（1＋1），煮沸 5min，倾去 HCl 后，用去离子水洗至中性，在红外灯下烤干备用。称取处理好的试样 0.100g 置于压力溶样罐的内衬杯中，加入 5mL HF、5mL 去离子水，盖好盖子，放入不锈钢外套中并拧紧盖子，放入 120℃烘箱内加热 2h，取出冷却，将样品转入 1000mL 塑料容器内，定容并摇匀，待测。

工业硅（Ca、Fe）

FAAS 法[81]

称取 0.100～0.500g 样品于铂皿中，用水润湿，加 20mL HF，慢慢滴加 HNO_3（1＋1）至样品全溶，加 2mL $HClO_4$ 于电热板上低温加热，待冒高氯酸烟 1～2min，取下稍冷，用少量水洗皿壁，继续加热至高氯酸烟冒尽，冷却后加 4mL HCl（1＋1），20mL 水，加热溶解后转入 100mL 容量瓶中，加 5mL 氯化锶（40g/L），定容后用 AAS 法测定。

玻璃纤维（Ca、Mg、Al、Fe、Ti、Cu、Pb、As、Sb、Zn、Ni、P、La、Cr、Mn）

ICP－AES[82]

称取烘干至恒重的试样 0.200g 置于铂金皿中，加少量水湿润，加入 10.0mL　HF，2mL　HNO_3，1mL $HClO_4$ 在沙浴上加热蒸发至近干后，再加入 1mL $HClO_4$，继续加热至白烟冒尽，取下冷却。加入 10.0mL HNO_3（1＋1）浸取，微热，使盐类溶解，取下冷却，定容于 100mL 容量瓶中，供 ICP－AES 测定锰、钛、铜、锌、铅、锑、砷、镍、镧、磷、铬、铁等元素，吸取上述溶液 5.0mL 于 50.0mL 容量瓶中，加 HNO_3 2.0mL，用水稀释刻度，留待测定镁、钙、铝。同时制备试剂空白溶液①。

注：①在用 ICP－AES 做定量分析之前，先用 X－荧光光谱仪作定性分析。

称取样品 1.000g，无水四硼酸锂 4g，于特制铂金坩埚中，混匀，加入 3%　KI 溶液 3 滴，将坩埚放入高频加热自动熔片机上，熔样 4min，冷却，制成透明圆形分析样片，取下，放入 X－荧光光谱仪上，进行扫瞄分析，从谱线强度和谱图上确定样品中含有杂质元素。

餐具（Cd、Pb）

FAAS 法[83]

取市售陶瓷餐具数个，用洗涤剂洗净后，再用蒸馏水冲洗、干燥。用已知准确体积的 4%乙酸注满容器，盖好后在室温下放置 24h，即得试样溶液，按仪器工作条件进行测定，并从工作曲线上查出其含量。如其含量超出工作曲线的范围，则可将样品溶液稀释若干倍后再进行测定。通常一批样品取 10 个餐具同时分析①②。

注：①根据食品、医药部门规定的标准，餐具中 Cd 的溶出量应不超过 0.5μg /mL；Pb 的溶出量应不超过 6.0μg/mL。为了直接与规定的标准相对照，可配制一套与这一浓度范围相一致的标准溶液，进行分析。

②Cd 及 Pb 的工作曲线溶液一律用 4%乙酸配制。

烟丝、烟叶（Cd）

FAAS 法[84]

称取 0.200g 样品，加 4mL HNO_3，1mL $HClO_4$，低温分解并将白烟冒尽①。冷却后，用水吹洗杯壁及表皿，加热冒烟，取下加水 10.0mL 溶解残渣，移入 50.0mL 沉淀离心管中，定容 25.0mL，加 $SrCO_3$（20g/L）1.0mL，及 1.0mL Na_2CO_3（100g/L）并调节 pH = 6.5，静置 30min 后，分离出沉淀②，取清液加 2 滴 HCl，加 5.0mL 水，摇匀待测。

注：①冒 $HClO_4$ 白烟时，严禁蒸干，否则结果偏低。

②分离沉淀时应极为小心，吸清液时切勿将沉淀吸出。

非金属材料（Cl^-）

FAAS 法（间接测定）[85]

取一定量样品于瓷舟内（液体样品需在电热板上小心烘干），通入氧气，升温至 1000°C，溢出气体用 0.1mol/L 的 NaOH 溶液吸收，定容至 50.0mL。用此测出总 Cl^- 量。

测量样品的表面积（以 cm^2 计），并称其重量（g），然后加入体积（mL）是样品表面积的 5 倍的蒸馏水，在 50℃水浴中浸泡 5 天，取出，定容至 100mL。

取适量体积的燃烧吸收液或浸泡液于 25.0mL 比色管中，用 HNO_3 中和后（必要时）加入 1mL 0.1mol/L HNO_3 3mL 0.0005mol/L Ag NO_3 溶液，摇匀转入 50.0mL 离心管内，在 4000r/min 的转速下离心 25min，静止后，取上层清液用 FAAS 测定 Ag。从工作曲线上查出 Ag 的含量再换算成 Cl^- 的含量。

用此方法可以测定垫片、石棉布、耐油石棉板、高压石棉板、密封 O 环、耐酸碱胶板等。

磷石膏（Cu 、Pb）

FAAS 法[86]

固体废弃物磷石膏的溶样方法：称取 0.500g 磷石膏样品先用 5mL HNO_3 加热溶解，蒸发至 1mL 后，加入 15mL 浓 HCl，继续加热溶解，当烧杯壁上析出大量白色晶体时，取下，以水冲洗杯壁并过滤到 50.0mL 容量瓶中定容。无须进行基体分离和采用标准加入法，就能直接测定含盐量高的样品中的 Cu 、Pb。

合成橡胶（Fe、Ca、Na）

FAAS 法[87]

称取 4.000g 样品置于氧化铝坩埚中，加热灰化有机物，然后转入马弗炉中于 500℃灼烧使碳完全氧化，冷却后，加入 100mL 王水，加热溶解残渣。经再冷却转移至 50.0mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀，用标准加入法进行测定。

煤矸石（Ge）

分光光度法[88]

称取 1.000g 粉碎后的煤矸石样品于铂金坩埚中，在 800℃灼烧 1h，加少许水湿润，加入 1.0mL HNO_3、10.0mL HF，3.0mL H_3PO_4 在电热板上加热到冒磷酸酐白烟为止。取下冷却，用水冲洗坩埚壁，再继续蒸至冒白烟。冷却后加入 3.0mL HCl，以含亚硫酸纳的盐酸（3 + 1）转入 50.0mL 分液漏斗中，控制最终体积约 18mL 左右（酸度不低于 9 mol/L），加入 10.0mL 苯，振荡 2min，静置分层后放出水相，用 9mol/L 的 HCl 7 ~ 8mL 洗有机相两次，弃去水相。在有机相中加入 12mL 水反萃取 3min，分层后将水相移入 25.0mL 容量瓶中，加入 10.0mL H_3PO_4、1.0mL 亚硫酸钠，3.5mL 苯基荧光酮，3.0mL TritonX - 100，用水稀释至刻度，

摇匀，15min 后，于波长 550nm 处，用 10cm 比色皿，以试剂空白作参比。测量吸光度。

重晶石（Hg）

冷 AAS 法[89]

称取重晶石样品 5.000g，用少许水润湿，加 10.0mL HCl 低温消化 20 min①，再加入 5.0mL HNO_3 继续消化完全并蒸发至 2～3mL，冷却，移入 50.0 mL 容量瓶中，稀释至 40 mL 左右，加 2.5mL EDTA（100g/L），以水稀至刻度，摇匀。以冷原子吸收法进行测定②。

注：①样品必须低温下分解，用水溶解最好。

②用本法测定出口重晶石多年，方法准确可靠。

锌锰电池（Hg）

FI－HG－AAS 法

将电池样品称重①，称取 0.100g，分解电池，将外包装、铜帽、假底和密封材料弃去。将电极的正负极材料和隔离层等放入 400mL 烧杯中。按表 5－3 加入试剂、水、分次加入 HNO_3，待反应平静后加入 HCl，加热微沸 15min②。

冷却，用定性滤纸过滤，滤液和洗液收集于容量瓶中，用 HNO_3（1＋99）洗涤烧杯三次，洗涤滤纸和沉淀 5 次。冷却后用水稀至刻度摇匀。

用吸管准确分取试样溶液 0.10－20.0mL 于 100mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀．用流动注射氢化物发生—原子吸收分光光度法测定汞。

表 5－3　电池型号与加入的试剂量

电池型号	水（mL）	HNO_3（mL）	HCl（mL）	总体积（mL）
LR 20	50	80	80	500
LR14 R20	40	40	40	250
LR6 R14	25	25	25	250
LRO3 R6	20	15	15	100
RO_3	20	8	8	100

注意：溶样时缓慢加酸，切勿使有色物溢出烧杯。

涂料（Hg）

HG－FAAS 法[91]

称取 2.0±0.01g 样品于 250mL 烧杯中，加 50 倍（质量比）的浓度为 0.07mol/L 的 HCl 溶液，振荡 1min，测量混合液的酸度，用浓度为 1 mol/L 的 HCl 调节 pH 至 1.0～1.5，搅拌混合液 1h，然后静置 1h，立刻进行固液分离，通过滤膜器（孔径 0.45μm）过滤至 100mL 容量瓶中，再从 100mL 容量瓶中吸取 20.0mL 待测溶液移至 25.0 mL 容量瓶中，加 1.25 mL 5% HCl（V/V），2.5mL，$K_2Cr_2O_7$（5%）溶液中，用去离子水稀至刻度，摇匀，待测。

玻璃浸出液（Li）

FAAS 法[92]

将玻璃样品置于盛有去离子水的聚四氟乙烯容器中［玻璃样品表面积与浸出剂体积之比（SA/V）为 $10m^{-1}$］。在恒温箱 90℃下浸泡 28 天，取出，浸出液酸化后分析①。

注：① 玻璃浸出液中虽然含有很多种元素，如：Na、K、Sr、Fe、Al 等，但因其浓度低，故对 Li 干

扰很小。

乳胶（Mg、Zn）

FAAS 法[93]

样品消解方法：将样品剪成小块，用洗洁精浸泡 40min，洗净，于 75～85℃烘干。准确称取约 1.0g 于 100mL 杯中，加 8mL HNO_3，电炉加热，当消化反应开始，立即将烧杯取下。待反应缓慢后，再断续加热，当溶液为 1～2mL 时，补加 2mL HNO_3。继续加热，直到消化液呈透明橙红色，无未消解的样品漂浮物。整个消解过程约 20min。蒸发至近干时，应防止因局部干涸而烧焦消解产物。当消解产物被烧焦时，发生放热反应，瞬间所有消解产物被炭化，放出呛人的滚滚黑色烟雾。

样品乳浊液的配制：加入 10.0mL 醇酮混合溶剂①到有消解产物的烧杯中，搅拌，使消解产物溶解。移入 25.0mL 容量瓶中，依次用 10.0mL Tween－80 溶液②、3.0mL HCl（1＋1），分数次洗涤烧杯，以水定容。剧烈振动 1min，此乳浊液可稳定 15min，并具有可逆性，超过稳定时间，开始分离为有机相和水相，但只需适当振动，即可重新乳化成乳浊液。按同样方法配制空白溶液。

注：①醇酮混合剂：乙醇－甲基异丁基酮混合剂：（3＋2）。

②Tween－80 为乳化剂。

玻璃胶浸出液（Pb）

FAAS 法[94]

称取 100.00g 试样（以干基计），置于浸取用的混合容器中，加水 1L。将浸取用的混合容器垂直固定在振荡器上，调节振荡频率为 110±10 次/min，振幅为 40mm，在室温下振荡 8h，静置 16h。通过过滤装置分离固液相，取滤液进行测定①。

注：①本方法采用了国标 GB/T 15555.1 的方法。但省略了稀释，用次灵敏线 368.4 nm 测定 Pb。

头腊（Pb、Cr、Cd、Ni、Co）

萃取－**FAAS** 法[96]

称取样品 5.000g 于聚四氟乙烯丙罐中，加 3mL HNO_3 和 5mL H_2O_2 放入不锈钢外套筒内，于 120℃消解 3h，冷却，移入 50.0mL 分液漏斗中，加硼砂－盐酸缓冲溶液（pH 8.9～9.0）3ml，用 5.0mL 0.050 mol/L 8－羟基喹啉氯仿溶液萃取 2 次，取有机相用乙酸乙酯定容，同时做试剂空白。

石墨材料（S）

间接 **FAAS** 法[97]

称取一定量的试样置于 50.0mL 瓷坩埚中，加入一定量的艾氏卡试剂①与之混合，其上覆盖部分艾氏卡试剂，置于马弗炉中，升温至 800℃后灼烧数 h，期间每隔 1h 打开炉门 1min，直到试样完全分解，冷至室温。同时进行平行实验和空白试验。

往上述已分解的试样中加入少量水后转移至 400mL 烧杯中，用热水和玻棒擦洗坩埚内壁 3 次，洗涤液并入烧杯中（共 150mL 左右），煮沸 5min，倾壁过滤后用 50.0mL 热水洗涤和倾壁过滤 3 次，将沉淀移入漏斗中，用热水洗涤 8～10 次，在溶液中加入 2 滴酚酞溶液呈红色，加热至沸腾，往此溶液中加入分解碳酸钠所需要的 HCl（1＋1）并过量 0.5mL，煮沸至赶尽二氧化碳且溶液为 200mL 左右，冷至室温，加入氨水调至溶液微红，转入 250mL 容量瓶中并定容。

视 SO_4^{2-} 含量取 0.5～10.0mL 上述试液（SO_4^{2-} 不超过 300μg）于 25.0mL 比色管中，加铬酸钡悬浊液 2.0mL，摇匀，放置 5min 以上，加入氯化钙溶液和（1＋1）氨水各 1mL，无水乙醇 8mL，加水至刻度，摇

匀，放置1h后慢速定量滤纸过滤入25.0mL比色管中，备测。

注：①艾氏卡试剂：将碳酸钠（A·R）和氧化镁（A·R）按（1+2）的重量比混合即得。铬酸钡悬浊液：称取0.5g铬酸钡溶于含HCl　0.42mL和冰醋酸14.7mL的200mL混酸中。硫酸根标准溶液（100mg/L SO_4^{2-}）：称取0.074g烘干过的无水硫酸钠（A·R）溶于去离子水中，定容至500mL。氯化钙溶液（1000 mg/LCa^{2+}）；称0.28g氯化钙溶于100mL去离子水中。（1+1）氨水：新配制。无水乙醇（A·R）、酚酞溶液。

玩具材料涂料（Sb、As、Ba、Cd、Cr、Pb、Hg、Se）

ICP－AES法[98]

称取玩具材料或涂料样品0.100g～1.000g（视样品而定）。用50倍质量的0.07mol/L HCl浸泡。用2mol/L HCl调节至溶液pH≤1.5。然后在37℃±2℃条件下避光振荡3h①，保温下静置1h。泌出清液待测。必要时可将待测溶液离心处理②。

注：①避光操作有利于Cd的溶出。

②处理好的样品应当天进行测定。

感光涂料（Si）

FAAS法[99]

称取1.000g感光涂料于白金坩埚中，加入5.0g Na_2CO_3混合后在喷灯（或煤气灯）头上加热熔化，再放入电炉中，在1000℃融熔状态下加热20min，冷却后加入50.0mL 4mol/L HCl，溶解后用蒸馏水定容至100mL，摇匀待测。

萤石（SiO_2）

ICP－AES法[100]

称取0.200g试样（准确至0.0001g）置于预先盛有1.50g无水碳酸钠和硼砂混合全熔剂的铂坩埚中，小心混匀，并再覆盖0.5g混合熔剂①。置于高温炉中，由低温升至900℃～950 ℃后熔融20～30min，取出冷却。将铂坩埚置于250mL聚四氟乙烯烧杯中，加入100mL HCl（1+5），加热浸取至熔块全部溶解，用热水洗净坩埚，冷至室温。转移至250mL容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀后立即将试液转入另一干燥塑料杯中。移取25.0mL于50.0mL容量瓶中，以水稀释至刻度，混匀。随同试样做空白试验。

注：①混合全熔剂：无水Na_2CO_3+硼砂（$Na_2B_4O_7 \cdot 10H_2O$）等量混合、研磨。

防污漆（Sn、Cu）

FAAS法

首先将漆样充分搅拌均匀后，称取样品0.100g于全聚四氟乙烯消化罐中①，先加入7mL HNO_3，进行高压微波消化。冷却后再加入HNO_3和HCl各1mL，再用高压微波消化，冷却后，将溶液转入100mL容量瓶中定容，混匀，待测。

注：①微波炉为北京美诚科贸集团生产的WR－1微波溶样炉。

石膏、水泥（SO_3）

电位滴定法[102]

称取石膏或水泥样品0.300g于30mL烧杯中，加入热水约100mL煮沸4min，加入1mL HNO_3（1+1），20mL萃取溶液（5%），再煮沸4min，然后滴入1滴甲基红（0.2%），以氨水（1+1）调至红色消失并呈

黄色，再过量氨水 2～3 滴（pH 约为 7－8），用中速滤纸过滤，滤液置于 250mL 容量瓶中，热水洗涤，冷却定容。

移取上述溶液 25.0mL 于 100mL 烧杯中，用 HNO_3（1＋1）调节 pH 约为 5，分别加入缓冲溶液 3mL，乙醇（95%）8mL，硝酸铅溶液 8.0mL，于磁力搅拌器上搅拌 8 min，插入电极，用 EDTA 溶液作为滴定剂，以电位滴定法测定石膏、水泥中三氧化硫。

曲通（Triton X－100）

FAAS 间接测定[103]

把含 Triton X－100 的溶液 100mL，放入分液漏斗内，加入 10.0mL $[Cd(SCN)_4]^{2-}$①，（溶液中 $[Cd(SCN)_4]^{2-}$ 浓度为 0.059mol/L）及 1mL 缓冲液，摇匀，反应 6min，加 5mL 二甲苯萃取，机器振荡 3min，静置分层 3min 后，弃去水相，用 FAAS 法当天测二甲苯层中镉的吸光度，间接算出 TritonX－100 的含量。

注：①缔合剂 $[Cd(SCN)_4]^{2-}$：称取 20g $Cd(NO_3)_2 \cdot 4H_2O$ 及 50g KSCN，加 100mL 水溶解，限当天使用。

颜料（W）

FAAS 法[104]

称取 2.000g 颜料样品，加入 5mL H_2SO_4，10.0mL HF 后，加热溶解，冒 SO_3 白烟后，再加入 5mL HCl，继续加热溶解后取下冷却，并用水稀释至 100mL，摇匀，备用。

镉镍电池电镀液（Zn、Cu、Fe）

FAAS 法[105]

准确量取镉镍电池电镀液样品 10.0mL 置于 100mL 容量瓶中，加 1% HNO_3 10mL 和 5mL 氯化铯 3%，用水稀至刻度，待测。

杀菌剂（水溶性铜）

AAS 法[106]

称取约 0.350g 样品（W）置于 250mL 锥形瓶内，加入 100mL 水，塞紧瓶塞，振荡 1min，在 20℃水浴上放置 1h，每隔 15min 摇荡一次，取约 50.0mL 悬浮液离心 20min（3000r/min）。小心防止温度升高，通过 13mm 过滤器过滤出约 40mL 上部清液。Cu 标准曲线溶液用 $CuSO_4 \cdot 5H_2O$ 配制。量取 25.0mL 样品滤液置于 50.0mL 容量瓶中，加入 1mL HNO_3 用水稀释定容混匀用 AAS 测定。

半导体材料（多元素）

ICP－AES 法[107]

（1）酸分解法：用 10.0mL HF 和 50.0mL HNO_3 在氟塑料杯①中于 50℃分解硅元件试样。分取 10～100μl 试样加 10～100μl 甲醇。于 300℃蒸发 10s。在波长 249.6nm 处用 ICP－AES 进行测定②。

（2）碱分解法：用 20mL（1mol/L）NaOH 溶液和 5mL H_2O_2 在密闭溶样器内于 90℃加压分解。试样溶液气化，测定条件与酸分解法相同。

注：①因玻璃中含有硼、故不能使用玻璃器皿。

②由于炬管中含有 B 故将样品添加甲醇后，加热至 200～600℃将产生的硼酸甲醇送入 ICP－AES 玻璃炬管中。以防炬管对 B 的污染。

烟草（尼古丁）

分光光度法[77]

准确称取一定量样品于10.0mL比色管中，加入0.02 mol/L氯冉酸1.0mL。用无水乙醇稀至刻度，摇匀后，在室温（20℃）下放置10 min，以试剂空白为参比，用1cm比色皿在530nm处测量吸光度。

纺织品（萘胺、α－萘胺）

气－质联用单离子监测法[90]

取一定量剪碎的布样于具塞试管中，加入缓冲溶液16mL置于70℃水浴30min，再加入联二亚硫酸钠溶液3mL，再在70℃水浴保持30min，取出，冷却至室温，过柱，静置15min，用80mL叔丁基甲醚洗涤，浓缩至1mL左右，氮气吹干，甲醇定容至2.0mL①。

注：①色谱柱用DB－5MS色谱柱，30m×0.25μm

参考文献

[1] 李梅，蔡宁，曹亚萍．塞曼火焰原子吸收光谱应用手册．北京：地质出版社，1996：107

[2] 李玉珍，邓宏筠．原子吸收分析应用手册．北京：科学技术出版社，1990：299～300

[4] 宋国玺，郑红文，王新潮．理化检验（化学分册），2000，36（3）：118～119。

[5] 李梅，蔡宁，曹亚萍．塞曼火焰原子吸收光谱应用手册．北京：地质出版社，1996：234

[6] 于建国．现代实用仪器分析方法．北京：中国林业出版社，1994：61～62

[7] 朱永芳．理化检验（化学分册），2002，38（6）：305

[8] 徐天源，苏文园，卓马等．光谱学与光谱分析，1996，16（6）：94～98

[9] 罗平，刘守廷．第五届全国原子光谱分析学术报告会论文摘要．武汉：（内部资料），1996：144

[10] 马尉，郝林．现代仪器使用与维修，1997，（5）：42～44

[11] 美国公职分析家协会，AOAC分析手册（上册）：1985，68

[12] 美国公职分析家协会，AOAC分析手册（上册）：1985，64～65

[13] 美国公职分析家协会，AOAC分析手册（上册）：1985，68～69

[14] 美国公职分析家协会，AOAC分析手册（上册）：1985，74

[15] 美国公职分析家协会，AOAC分析手册（上册）：1985，74～75

[16] 樊树红，于晓萍．化学分析计量，2001，10（4）：22～23．

[17] 蔡泓，冯浚汉，秦文伟．分析化学的成就与挑战．重庆：西南师范大学出版社，2000：66

[18] 李梅，蔡宁，曹亚萍．塞曼火焰原子吸收光谱应用手册．北京：地质出版社，1996：97

[19] 中华人民共和国国家标准．GB/T 13884～92：126～128

[20] 中华人民共和国国家标准．GB/T 13665～92：129～132

[21] 翟毓秀，郝林华．分析化学，2000，28（2）：176～179

[22] 谢文兵，姚金玉，马戈．光谱学与光谱分析，1998，18（6）：700～702

[23] 杨学群，周卫平．第五届全国原子光谱分析学术报告会论文摘要．武汉：（内部资料），1996：85

[25] 美国公职分析家协会，AOAC分析手册（上册）：1985，308～309

[26] 美国公职分析家协会，AOAC分析手册（上册）：1985，308～309

[27] 李玉珍，邓宏筠．原子吸收分析应用手册．北京：科学技术出版社，1990：301～302

[28] 陈迈霞．光谱仪器与分析，49（4）：7～9

[29] 张洪海．第五届全国原子光谱分析学术报告会论文摘要．武汉：（内部资料），1996：116

[30] 李梅，蔡宁，曹亚萍．塞曼火焰原子吸收光谱应用手册．北京：地质出版社，1996：203
[31] 齐柳，姚丽珠，吕振波．理化检验（化学分册），2002，38（3）：149～150
[32] 李梅，蔡宁，曹亚萍．塞曼火焰原子吸收光谱应用手册．北京：地质出版社，1996：332
[33] 赵荣林，王俐，杨宏．分析试验室，2002，21（增刊）：124～125
[34] 刘英，藏慕文．分析试验室，2002，21（增刊）：172
[35] 李梅，蔡宁，曹亚萍．塞曼火焰原子吸收光谱应用手册．北京：地质出版社，1996：370
[36] 张岩，国外分析仪器，2000，No1：44～46．
[37] 汪昌仑．光谱学与光谱分析，1991，11（1）：68～69
[38] 李玉珍，邓宏筠．原子吸收分析应用手册．北京：北京科学技术出版社，1990：286～287
[39] 李梅，蔡宁，曹亚萍．塞曼火焰原子吸收光谱应用手册．北京：地质出版社，1996：358
[40] 范立新．微量元素研究进展（第二辑）．北京：万国学术出版社，1997：282～283
[41] 李梅，蔡宁，曹亚萍．塞曼火焰原子吸收光谱应用手册．北京：地质出版社，1996：216
[42] 刘湘生，陈家英，王萱．分析化学，1996，24（6）：669～672
[43] 李玉珍，邓宏筠．原子吸收分析应用手册．北京：北京科学技术出版社，1990：277～278
[44] 美国公职分析家协会，AOAC 分析手册（上册）1985：158～159
[45] 刘立行，马学良，刘宝玉．冶金分析，2001，21（4）：12～14
[46] 光谱学与光谱分析编辑部．原子吸收分析方法．1982：177～178
[47] 刘安霞，李道伦，胡金生．光谱学与光谱分析，1992，12（4）：83～88
[48] 辛仁轩，王建强．化学分析计量，2002，11（6）：33～34
[49] 杨秀环，汪丽，唐宝英．光谱学与光谱分析，1998，18（5）：576～579
[50] 中国无机分析化学文摘．北京：冶金工业出版社，1998，15（2）：16～17
[51] 吴辛友，郑永章，蔡绍勤等．分析实验室，2000，19（1）：3335
[52] 单云，贺与平．分析试验室，2002，21（增刊）：106
[53] 李梅，蔡宁，曹亚萍．塞曼火焰原子吸收光谱应用手册．北京：地质出版社，1996：45
[54] 李梅，蔡宁，曹亚萍．塞曼火焰原子吸收光谱应用手册．北京：地质出版社，1996：75
[55] 李梅，蔡宁，曹亚萍．塞曼火焰原子吸收光谱应用手册．北京：地质出版社，1996：102
[56] 李梅，蔡宁，曹亚萍．塞曼火焰原子吸收光谱应用手册．北京：地质出版社，1996：101
[57] 王喜红，只佩德．微量元素研究进展（第一辑）．北京：化学工业出版社，1995：398～400
[58] 粟淘，理化检验（化学分册），2000，36（3）：133～134。
[59] 中国无机分析化学文摘．北京：冶金工业出版社，1998，15（2）：64
[60] 美国公职分析家协会，AOAC 分析手册（上册）1985：71～72
[61] 李梅，蔡宁，曹亚萍．塞曼火焰原子吸收光谱应用手册．北京：地质出版社，1996：186
[62] 朱金荣，李超秀，宫明岗．第五届全国原子光谱分析学术报告会论文摘要．武汉：（内部资料），1996：82
[63] 王辉，胡兴中．第三届全国仪器分析与样品及药物预处理研讨会论文集．1998：25～26
[64] 李玉珍，邓宏筠．原子吸收分析应用手册．北京：北京科学技术出版社，1990：296～298
[65] 宋允嘉．有色金属分析通讯，1994，（2）：27～28
[66] 陈天裕，单芳．中国无机分析化学文摘，北京：冶金工业出版社，1998，15（4）：71
[67] 王丽玲，白艳玲．光谱学与光谱分析，1998，18（5）：606～608
[68] 张淑霞，范敏．分析化学的成就与挑战，重庆：西南师范大学出版社，2000：57
[69] 伍正清，孙彩云．光谱学与光谱分析，1998，18（6）：711～714

[70] 严钊，江涛．冶金分析，1996，16（2）：50～51
[71] 朱金荣，宫明岗，夏桂芳．第五届全国原子光谱分析学术报告会论文摘要．武汉：（内部资料），1996：81
[72] 蔡幼卿．理化检验（化学分册），1997，33（3）：29～33
[73] 叶梅丽．光谱学与光谱分析，1991，11（5）：59～61
[74] 李玉珍，邓宏筠．原子吸收分析应用手册．北京：科学技术出版社，1990：284～285
[75] 叶毓琼，钱广生，孟韵．分析实验室，1995，14（5）：63～65
[76] 李万春．分析试验室，2002，21（5）：83～85
[77] 刘雪静．分析试验室，2002，21（增刊）：120
[78] 李玉珍，邓宏筠．原子吸收分析应用手册．北京：科学技术出版社，1990：298～299
[79] 金楠霞，陈宋宏．有色金属分析通讯，1991，（6）：17～20
[80] 张淑珍．光谱学与光谱分析，1996，16（2）：81～84
[81] 梁奕伦．光谱实验室，1996，13（4）：13～15
[82] 胡晓静，赵恒英，陈新．分析试验室，21（增刊）：196～197
[83] 李玉珍，邓宏筠．原子吸收分析应用手册．北京：科学技术出版社，1990：283～284
[84] 李梅，蔡宁，曹亚萍．塞曼火焰原子吸收光谱应用手册．北京：地质出版社，1996：117
[85] 舒永红，杨秀华，卢中热．第五届全国原子光谱分析学术报告会论文摘要．武汉：（内部资料），1996：119
[86] 中国无机分析化学文摘．北京：冶金工业出版社，1998，15（2）：65
[87] 李玉珍，邓宏筠．原子吸收分析应用手册．北京：科学技术出版社，1990：278～279
[88] 林发，黄新美．冶金分析，1996，16（6）：38～40
[89] 李梅，蔡宁，曹亚萍．塞曼火焰原子吸收光谱应用手册．北京：地质出版社，1996：232
[90] 张伟亚，刘丽，唐丽纯．分析试验室，2002，21（增刊）：201
[91] 柏晓逸，光谱仪器与分析，2001，（4）：36～38 。
[92] 李梅，蔡宁，曹亚萍．塞曼火焰原子吸收光谱应用手册．北京：地质出版社，1996：255
[93] 刘立行，马学良，李秀萍等．冶金分析，2002，22（1）：36～38
[94] 杨泉，国外分析仪器，2000，No2：68～69．
[95] 李玉珍，邓宏筠．原子吸收分析应用手册．北京：科学技术出版社，1990：277～278
[96] 侯晋，沈京红，丁黎．分析试验室，2002：21（增刊）：147
[97] 任文斌，徐子刚，吴清洲．分析化学，2000：28（10）：1320～1321
[98] 陈蓉玉，朱振宝，陈宗宏．光谱学与光谱分析，1997，17（4）：70～72
[99] 李梅，蔡宁，曹亚萍．塞曼火焰原子吸收光谱应用手册．北京：地质出版社，1996：378
[100] 胡玛丽，宋卫良，闻向东．分析试验室，2002，21（增刊）：198～199
[102] 于京华，王秀英，马勇等．理化检验（化学分册），1997，33（3）：113～115
[103] 张继伦，姚廷伸，李华斌．光谱学与光谱分析，1996，16（1）：121～124
[104] 李梅，蔡宁，曹亚萍．塞曼火焰原子吸收光谱应用手册．北京：地质出版社，1996：411
[105] 薛光荣，陈磊．光谱仪器与分析，2001，（3）：20～24
[106] 美国公职分析家协会，AOAC分析手册（上册）1985：175～176
[107] 钟辉译．分析化学译刊，1988，5（12）：85～86

第6章　岩矿类

6.1　概述

岩石矿物分析是分析化学在应用上的一个分支学科，它以岩石、矿物为研究对象。其任务是确定岩石、矿物的化学组成及有关组份在不同赋存状态下的含量。它是整个地质工作中的一个重要组成部分。在地质普查阶段，需要完成大量的简项分析，以确定矿产的有无及类别。在勘探阶段，更需要大量的简项分析和全分析，以了解其赋存状态及共生元素，确定矿石品位的开采价值，从而拟定合理的开采方案，同时也是各种地质研究成果中的重要组成部分。

随着地质事业的不断发展，地质样品分析的质量要求越来越高，除常量分析以外，还要求在同一试样中进行多种痕量组份的定量分析。尤其近些年，原子吸收光谱法和原子荧光光谱法，已广泛地应用于地质、冶金、石油、环保、食品、卫生防疫等方面，使这些痕量组分分析成为可能。

在地质找矿和1：20万及1：5万的区域化探普查中，对岩石矿物分析试样分解后，采用原子吸收光谱和原子荧光光谱进行Cu、Pb、Zn、Ag、As、Sb、Bi、Hg等元素的测定，越来越显示出它分析灵敏度高，选择性高，干扰少，测定元素范围广的优越性，是一种优良的痕量分析技术。

岩石矿物样品经过特有的工艺流程加工，形成具有代表原始样品组成的分析试样。试样的分解是岩石、矿物化学分析和化学物理分析的重要组成部分。试样的分解方法选择不当，就会给测定造成困难和带来严重的误差，因此选择试样的分解方法尤为重要。目前，在岩石矿物试样的前处理中，通常分为酸溶和碱融两大部分。由于岩石矿物的种类很多，分解试样必须根据试样的种类及待测元素选择适当的方法。

用酸作为分解试剂，主要是利用酸的氢离子效应。不同的酸有不同的作用，如氧化、还原、络合等。利用这些性质可以促进试样的分解，通常为提高分解效率，同时使用几种酸或加入其它盐类。酸溶方式常采用：

1. 硝酸——氢氟酸
2. 硫酸——氢氟酸
3. 高氯酸——氢氟酸

} 用铂金坩锅或聚四氟乙烯坩埚

4. 盐酸——硝酸

用酸不能分解或分解不完全的试样，常采用碱融分解的方法：

1. 碳酸钠熔融
2. 过氧化钠熔融
3. 碱金属氢氧化钠熔融
4. 碳酸盐——硼酸盐熔融

6.2 岩石类

岩石及沉积物标样：（Al、Fe、Si、Mn、Ni、Cr、Mo、V、Co、Mg、Zn、P、Cu）

ICP－AES 法[1]

称取0.500g试样置于已知重量的聚四氟乙烯烧杯中，加5mL HNO_3，盖上表皿，于120～140℃电热板上加热约1h分解有机物等，蒸发干涸后，加5mL HF，继续加热1h，充分分解硅酸盐，蒸发干涸至驱净HF，再加5mL HNO_3，3mL $HClO_4$，充分溶至无残渣，如还有残渣时应重复操作，最后边浓缩边称重，直至试液约为5g时取下，冷却后加5mL　HBO_3 溶液（1%），并加热溶解，并稀释至100 mL，摇匀待测。

岩石、土壤（Au、Ag、Tl）

萃取 **FAAS** 法

称取样品 5.000～10.000g 于 100 mL 瓷坩埚中，置于马弗炉中，从室温升至 450℃并保持 1h，再升温至 600～650℃灼烧 1～2 h，取出冷后转入聚四氟乙烯杯中，用水润湿样品，加盐酸 15mL，加热溶解约 15min，取下，加入氢氟酸 10～15 mL，加热溶解至约 10 mL 时视硅酸盐含量，可再补加氢氟酸适量，加硝酸 5mL，溶解至湿盐状时，加硝酸 2～3 mL 1～2 次以赶氢氟酸，取下，稍冷后加入王水（1＋1）20 mL，稍加温热以溶解盐类，用水转入 100mL 容量瓶中定容后再转入原聚四氟乙烯杯中，加盖，待澄清后取清液 50.0 mL 于 200 mL 三角瓶中，投入一块泡塑。于振荡器上振荡 30 min，取出泡塑（溶液测 Ag）用 H_2SO_4（1＋99）水溶液吹洗，挤压数次后，挤干泡塑并放入已盛有 3－10.0 mL EDTA 溶液的 25.0 mL 具塞比色管中，加盖，在沸水浴上解脱 15～20 min，取出泡塑，溶液测定铊。将解脱过铊的泡塑用水洗至中性后挤干，放入盛有 5.0－25.0 mL 硫脲的比色管中，加盖，在沸水浴上解脱 30 min，取出泡塑后溶液测定金。

贵金属岩石矿物（Au、Pd、Pt）

GFAAS 法[2]

称取 2.000～10.000g 样在高温炉中灼烧 1h（600～700℃），冷后移入 250 mL 烧杯中，加 20～50 mL 盐酸，加 5～10 mL　H_2O_2、盖皿，剧烈作用后，再加 5～10mL 过氧化氢，半小时后在电热板上煮沸 30min，洗去表皿，蒸至 30～40 mL，冷后移入 200 mL 容量瓶中，加 5mL 0.1%聚环氧乙烷，用水定容，摇匀，澄清。取清液于分液漏斗中，加抗坏血酸使氯化铁黄色消失，加 1mL 或 2 mL 萃取剂①，振摇 5－10min，分层后，测定有机相，标准溶液也进行萃取测定。

注：①萃取剂配制：取 30 mL N－正辛基苯胺，加入 70 mL 间二甲苯，混匀后用等体积（1＋1）盐酸在振荡器上摇 20 min，使胺基质子化，此时萃取剂浓度为 1.5mol/L。pH 为 1～2。

化探岩石（Au）

预络合铁－泡塑吸附的 **AES** 法

称样 10.000g 于高温炉内升温至 650℃，灼烧 1.5h 取出转入 250 mL 锥形瓶中，加 50 mL 新配制王水（1＋1）在电热板上加热并微沸 1h，（体积控制在 2～30mL）加 50.0 mL　6%　H_3PO_4－4%　NH_4HF_2　溶液①，以水稀至 100 mL，加泡塑，用塑料薄膜包着的橡皮塞盖上，振荡 50 min。取出泡塑用自来水反复挤压冲洗 1min，挤干，用滤纸包好，放入 10mL 瓷坩埚中，加 1mL 乙醇，1 滴 50% $ZnCl_2$ 水溶液，放高温炉内点燃并升温至 650℃，灼烧 30 min，取出，将灰粉装入电板中按工作条件摄谱。

注：①6%　H_3PO_4－4%　NH_4HF_2 可消除 Fe 等杂质元素的干扰。

岩石、地质物料、矿物、土壤、炉渣（Ca 、Ti、Mn、Fe 等）

AAS、ICP－AES 法[3]

称取矿样 150mg 置于铂坩埚中，加 10mL H_3PO_4 在电热板上于约 290℃溶解，不断搅动，每隔 15min 检查一下分解程度，为快速分解样品，矿物必须磨细至 300 目，磨细的硅酸盐、氧化物，碳酸盐会很快消解，而硫化物则消化的很慢，Cu_5FeS_4、$CuFeS_2$、MoS_2、FeS_2 加热 3h 也分解不完，说明 H_3PO_4 氧化能力弱，但在 10 mL 85% H_3PO_4 中加 0.5mL 70% $HClO_4$ 时，45min 则可以分解完全。实验证明用上述两种酸分解矿样时，最多用 1h，稀释后不产生沉淀。如果 Ti 含量高时可加 0.5mL　30% H_2O_2。本方法还可用于土壤，炉渣及其它难溶物料。用 AAS 测定时溶液酸度为 10%，用 ICP－AES 测定时酸度为 5%。

超基性岩石（Cr）

千灰化 **FAAS** 法[4]

称取 0.500g 样品于高铝坩埚中，加 4g Na_2O_2 与样品混匀，再在表面盖上一层 Na_2O_2，于已升温至 700℃高温炉中融熔 10 min，取出冷却后放入 250mL 烧杯中，用沸水浸取，用热水洗净坩埚，煮沸试液赶尽 H_2O_2，用水移入 100 mL 容量瓶中冷却后定容，澄清。

取上述清液 5.0mL 于 25.0 mL 容量瓶中，加 1 滴酚酞，用 9mol/L H_2SO_4 中和至红色消失再过量 1mL，加 5g/L 的 Na_2SO_4 5mL，用水定容待测①。

注：①标准为 0.18mol/L 的 H_2SO_4 和 10g/L 的 Na_2SO_4 介质。

石灰石（Mg）

FAAS 法

称取 0.100g 石灰石样品于铂金坩埚中，加入少量水润湿后，加入 5 滴 9mol/L H_2SO_4，再加入 HF 10.0mL，于电热板上加热至 SO_3 白烟冒尽，取下冷却后加入 6mol/L HCl 2mL 和少量蒸馏水，加热使样品溶解清亮①，移入 50.0mL 容量瓶中定容。移取此溶液 2.0mL 于 25.0mL 比色管中，加入 50g/L Sr^{2+} 盐溶液 2.5mL，用 0.24mol/L HCl 稀释至刻度，摇匀待测。

注：①溶解样品时应注意是否完全溶解，否则会影响测定结果。

岩石（Pb）

FAAS 法

称取 1.000g 样品于 50mL 烧杯中，用水润湿，加 15mL HCl，盖表皿，置电热板上加热溶解 30min，再加入 HNO_3 5mL，继续加热至样品分解完全，蒸发至干，取下冷却，用 0.6mol/L HCl 移入 50.0mL 比色管中，并稀至刻度，摇匀，澄清后待测①。

注：①当 Pb 含量很低，又有大量 Fe 存在时，Fe 干扰 Pb 的测定，可采用在 KI－HCl 体系中，用 MIBK 萃取，测定有机相。

岩石（Rb）

FAAS 法[6]

称取约 0.200g 试样于聚四氟乙烯坩埚中，加 0.5mL 9mol/L H_2SO_4，5mL HNO_3，10mL HF 在电热板上加热溶解，待冒白烟时取下稍冷，用水吹洗，继续加热至近干。取下稍冷加少许水加热溶解盐类，冷后移入已加有钾盐的 25.0mL 容量瓶中，定容摇匀，待测。

岩石矿物（Rb）

FAAS 法

称取约 0.100g 样品于聚四氟乙烯坩埚中，用水润湿，加 1mL $HClO_4$，2mL HNO_3，6mL HCl，3mL HF，在电热板上加热至白烟冒尽，取下，冷却。加 1.5mL HCl，水洗坩埚壁，加热溶解盐类，移入 25.0 mL 比色管，加入 2.5mL 10g/L 的 K_2O 溶液①，水稀至刻度，摇匀，待测。

注：①标准系列溶液与样品溶液都要加入 K_2O，而且 K_2O 的加入量一定要准确。

岩石（Rb）

FAAS 法

称取 0.100g 岩石样品①，于聚四氟乙烯坩埚中，加 15mL HF，1.5mL $HClO_4$，加热溶解至 $HClO_4$ 白烟冒

尽，加 6mol/L HCl 2mL，加热使盐类完全溶解②，用蒸馏水移入 100mL 容量瓶内，加 20g/L 的 KCl 水溶液 10.0mL，用水定容，摇匀，待测③。

注：①样品为标样 GBW 07103。

②酸度影响 Rb 的灵敏度，应控制酸度一致。

③标准系列溶液为 0.12 mol/L 的 HCl 和 2g/L 的 KCl 介质。

岩石（Se）

FI – HG – AAS 法[5]

岩石、土壤、水系沉积物一般有硅存在，取一定量样品置于聚四氟乙烯烧杯中，加水润湿，加 5 – 10mL HNO_3 + 2mL $HClO_4$，加盖加热到冒棕色烟。取下冷却洗盖后加 5 – 10mL HF（视 Si 量而定），加热至冒白色 $HClO_4$ 烟。冷却，移入一定体积的容器中，加 HCl 使酸度达到 40% 及加 $FeCl_3$ 溶液使 Fe^{3+} 达到 1mg/mL，用水稀释至刻度摇匀，放入 70 – 90℃水浴中浸泡 20min，取出冷至室温后进行测定。

萤石（SiO_2）

ICP – AES 法[7]

称取 0.200g 试样（准确至 0.001g）置于预先盛有 1.50g 无水碳酸钠和硼砂混合全熔剂的铂坩埚中，小心混匀，并再覆盖 0.5g 混合熔剂。置于高温炉中，由低温升至 900℃ ~ 950 ℃后，熔融 20 ~ 30min，取出冷却。将铂坩埚置于 250 mL 聚四氟乙烯烧杯中，加入 100mL HCl（1 + 5），加热浸取至熔块全部溶解，用热水洗净坩埚，冷至室温。转移至 250 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀后立即将试液转入另一干燥塑料杯中。移取 25.0 mL 于 50.0 mL 容量瓶中，以水稀释至刻度，混匀。随同试样做空白试验。在 ICP 光谱仪上选择适当条件和 Si 分析线，用扣空白、背景干扰扣除法同标准曲线一起测定硅的光谱强度。

岩石（Th）

分光光度法[8]

本法选用含稀土、铀、锆等干扰元素较多的复杂岩矿试样进行测定，因此在显色前采用了下述预分离方法。

称取岩石试样 0.500 ~ 1.000g 于预先垫有 0.5 ~ 1g Na_2CO_3 的铁坩埚中，加入 3 ~ 5g Na_2O_2 作熔剂，混合均匀后，在马弗炉中于 600 ~ 700℃熔融至红色透明，保持 10 ~ 15min，冷却至室温。用 20.0 ~ 25.0mL 浸取溶液（100mL 水中含 5mL 三乙醇胺、1.5g EDTA 和 2.5g NaOH）分多次浸取，用水洗坩埚 3 次。加入 1mL $MgCl_2$（15g/L）作为钍的共沉淀剂，盖上表面皿加热煮沸 3 ~ 5min，取下冷却至室温，快速滤纸过滤，用 1mol/L NaOH 洗涤烧杯和沉淀 4 次，水洗 2 次，再用 3mol/L 的热 HCl　20mL 溶解沉淀。溶液用 50.0mL 容量瓶承接，最后用蒸馏水稀释至刻度，摇匀。

移取 10.0mL 上述试液（同时取 10.0mL 水按同法处理做试剂空白）于 60 mL 分液漏斗中，加入抗坏血酸 2mL，用 2mol/L HCl 和（1 + 1）氨水调 pH 为 2，加 50% KSCN 溶液 5mL（总体积约为 25.0mL），加入磷酸三丁酯 – 二甲苯混合溶液 25.0mL，振荡 2min，分层后，弃去水相，加入 10% KSCN 溶液 5mL 洗涤一次，振荡 30s，分层后，将水相放入 100mL 烧杯中，再用 2mol/L HCl 10.0mL 反萃取 2 次，每次振荡 30s，水相并入 100mL 烧杯中，置于电炉上加热蒸发至干。加入 HCl 2.1mL 和几 mL 水，微热溶解，冷却后移入 25.0mL 容量瓶中，体积不超过 10.0mL，加入抗坏血酸 2mL，$H_2C_2O_4$ 3mL，0.5% TPB　2mL，无水乙醇 3mL，BPAmB 2mL，加水至刻度，摇匀，室温显色 5min，用 1cm 比色皿，于 695nm，波长处测量吸光度，在工作曲线上查得相应钍的含量，计算出试样中钍的百分含量。

岩石矿物、烟灰（Ti）

分光光度法[9]

称取烟灰或岩石试样 0.200～0.400g 于 100mL 烧杯中，加入王水 20mL 溶解，蒸发至约 2～3mL 移至水浴上蒸发至干，再加 10mL HCl 溶解残渣，冷却后加水 10mL，以 10%二氯化锡还原至无色，再过量 10 滴，加入滤纸浆搅拌，用致密滤纸过滤，将滤液蒸发至近干或恰好干，加 4.0mol/L H_2SO_4 25mL 溶液，转移至 100mL 容量瓶中，用水稀至刻度，摇匀，吸取此溶液 4.00mL 于 25.0mL 比色管中，加 5 滴 H_2O_2（30%），1.0mL $TiCl_3$（5%），2.0mL 溴化钠（0.1mol/L），1.0mL H_2SO_4（4.0mol/L），1.0mL 酚藏花红（0.3%），补加水至水相体积为 10.0mL，加入 10mL 环已烷＋丁酮（3＋2）混合溶剂，剧烈摇荡 1.5min。静置分层后倾出萃取液于离心管中，离心沉降约 1min，转入 2cm 比色皿中，以该混合试剂作参比，于波长 529nm 处测量吸光度。

6.3 矿石类

矿石标样（Ag）

FAAS 法[10]

称取岩石标样①1.000g 于 50.0mL 烧杯中，加入 15mL 王水，在低温电热板上加热分解，并蒸发至干，冷却。用 1.8 mol/L HCl 将样品转移至 50.0 mL 比色管中，再加入 5mL 100g/L KI 溶液，并用 1.8mol/L HCl 稀释至刻度，摇匀。放置澄清，取清液于 25.0 mL 比色管中，加入 3mL MIBK②用力振荡 1min，打开盖子放出气体，并静止分层后，取有机相直接测定③。

注：①岩石标样 GSR－4，GSR－2，GSS－1。

②由于 MIBK 体积只有 3mL，且界面附近仅 Ag 分布不均匀，故应选用较细的毛细管，并将管口插到有机相中部，或用微量进样法测定。

③萃取后的有机相应立即上机测试，不宜超过 10h。

矿石矿物（Ag）

FAAS 法[11]

称取 0.500g①矿样于聚四氟乙烯烧杯中，用少许水润湿，加 15mL HCl，5mL HNO_3，1mL $HClO_4$，5mL HF，加热分解直至 HF 白烟冒尽②，稍冷，移入 25.0mL 比色管中，稀释到刻度，摇匀，待测。

对含银低的矿物样品可用 MIBK 萃取，方法是分取上述试样溶液适量，配制成 1.2mol/L HCl 介质，30g/L KI，20g/L 抗坏血酸体系，加入样品＋MIBK＝10＋1（V/V）萃取 1min③。分层后，取有机相，用微量进样 FAAS 法测定。

注：①Ag 含量高的试样，应少取样，以防止 AgCl 产生沉淀。

②含 S 高的试样，应加 HCl 驱除 S。

③用 MIBK 萃取法应在加入 MIBK 后及时测定。

矿样（Ag）

FAAS 法[12]

称取一定量的矿样（含 Ag 量约 150μg）于 150mL 烧杯中，加 20mL HNO_3（1＋1），20mL HCl（1＋1），盖上表皿，加热煮沸 20 min 后取下表皿，蒸发至近干冷却后，再加 10 mL HNO_3（1＋1），5mL H_2SO_4（1＋1），加热蒸发至冒大量白烟为止，取下冷却，转入 50.0 mL 容量瓶中，以水定容，然后干过滤，取 10.0

mL 滤液于 100 mL 烧杯中，用氨水（1 + 1）调节至刚有沉淀出现，加入 5mL EDTA 溶液。再调至 pH = 6.5（此时应无沉淀生成），加 8mL Phenanthroline 溶液，5 mL 乙酸 - 乙酸钠缓冲液，（每加一种试剂后要摇匀）。将溶液通过巯基棉柱，控制一定流速，然后用 10 mL 水将留在柱上的 EDTA 等杂质洗去，再用稀硝酸洗脱银，最后用 5 mL 水洗下柱上的硝酸。洗脱液用 100 mL 烧杯收集。置于电热板上徐徐蒸发至近干（不能蒸干）冷却。加入适量水搅匀，转入 50.0mL 容量瓶中，用水定容混匀待测。

铅矿石（Ag）

AAS 法[13]

样品预处理采用三处方法试验

1. 用 HCl—HF 混酸：称取 2.00g 矿石样品加 10mL HCl 和 5mL HF 溶解后蒸至近干，加入 20 mL HCl（1 + 1），煮沸溶解盐类，冷却，过滤，定容 100 mL 摇匀，待测。

2. 用 HNO_3—HF 混酸：称取 2.00g 矿样加入 10mL HNO_3 和 5mL HF 溶解后蒸至近干，加入 20 mL HCl（1 + 1），煮沸溶解盐类，冷却，过滤，定容 100 mL，摇匀，待测。

3. Na_2O_2 熔融法：称取 2.00 g 矿样和 2g Na_2O_2 于高型坩埚中，于马弗炉 70℃加热 15min，取出冷却后，置于予先加有 10mL　HCl 和 200mL 蒸馏水的烧杯中浸取，洗净取出坩埚，加热溶液至近干，加入 20 mL HCl（1 + 1），煮沸酸溶解盐类，冷却，过滤，定容 100mL，摇匀，待测。

以上三种方法样品的测定结果表明：①法结果偏低，可能是溶解时形成了沉淀，阻碍了反应的进行。③法过程复杂，且没有升华污染环境的缺点。②法较好，故使用②。

铅精矿（Ag）

FAAS 法[14]

称取 0.200 ~ 0.500g（银含量 > 2000g/t ~ 3000g/t 者称取 0.200g，含银量为 300g/t ~ 2000g/t 者称取 0.500g），研磨至 0.074 mm 的样品，放入 250 mL 的烧杯中，加入 15mL HNO_3 和 5mL $HClO_4$（或 15mL HNO_3 和 0.50g　KCl_3），盖上表皿，置于电炉上加热至试样完全溶解，并冒白烟 2min 取下；冷却，用水冲洗表皿及杯壁，并稀释至 50.0 mL；煮沸，取下冷却后加入 1g 氯化按，用浓氨水中和至氢氧化铁沉淀出现，并过量 5 mL 煮沸，冷至室温后移入 100mL 容量瓶中，用体积分数为 5% 的氨水溶液洗涤并稀释至刻度，摇匀。静止使溶液澄清或干过滤，取清液与同时配制的标准系列，进行测定。

岩矿石、金精矿（Ag）

FAAS 法[15]

称取 0.100 ~ 1.000g 样品于 100mL 烧杯中，用水润湿摇匀，加 HCl 15mL，盖表面皿于电热板上加热 10 ~ 15min，稍却，加 HNO_3 5mL，继续加热，摇动 1 ~ 2 次，蒸至近干，冷却，以水冲洗表面皿和杯壁，加 10mL 硫脲（10%），温热 1min。根据样品中含 Ag 量不同，移入不同体积的容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀，放置澄清，与标准系列溶液同时测定。

锌精矿（Al、As、Bi、Ca、Co、Cu、Hg、Mg、Mn、Ni、Pb、Sn）

ICP - AES 法[16]

称取 0.200g 锌精矿样品加适量水润湿，加 10.0mL HCl，室温放置约 30min，加入 25mL HNO_3，缓慢加热至澄清，蒸至近干，加 5mL HNO_3 赶 HCl 两次，冷却，以 HNO_3（1 + 9）溶解，过滤除去沉淀物并定容至 100mL 待测。

多金属矿标准样品（As、Hg、Bi）

HG－AFS 法[17]

称取试样 0.100～0.500g 于 100mL 容量瓶中①，沿容量瓶颈缓慢加入 30 mL 王水（1＋1），轻轻摇动后放置 20min，移入加热至近沸的水浴中升温至沸，继续加热分析试样 1h（其间每 15min 摇动一次）取下，冷至室温，加水至刻度，摇匀，放置 12h，待试液完全澄清后备用。

准确移取上述试液 1.0～5.0mL 于 25.0mL 比色管中，加入 2.5mL 及混合预还原液 2.0mL 用水稀释至刻度，摇匀。30min 后取 2mL 于氢化物发生器中，用以测定 As。

直接取 2.0mL 试液于氢化物发生器中用以测定 Hg、Bi。

注：①视样品含量而定。

铜精矿（As）

FAAS 法[18]

称取已在 60℃烘干的样品 0.250g 于 125.0mL 三角烧杯中，以少量水润湿，加入 5mL 混酸（HCl＋HNO_3＝20＋3），盖上表皿摇动，放置 20～30min，然后把烧杯放到低温电热板上缓缓加热 1h（不煮沸），再加入 5mL HNO_3，继续加热使样品彻底分解（不煮沸）。除去表皿，继续蒸至约 4mL。取下，冷却，用水转移到 50.0mL 容量瓶中，并定容到刻度。

铜铅锌矿（Au）

FAAS 法

称取矿样 10.00－20.00g 于方形瓷舟中，放入马弗炉内由低温升至 500℃时保温 0.5h 左右，再逐渐升温至 600℃培烧 1h，达到除去矿样中硫及砷目的。取出冷却后，将试样移入 250mL 三角瓶中，用少量水润湿，加入新配制的王水 25mL，加热分解至糊状，但勿蒸干，再补加 20mL 王水（1＋1）加热蒸沸 3～5min，取下冷却，补加 100mL 水，放入泡塑块，塞上胶塞，在振荡器上振荡 30～40min，取出泡塑块，用自来水冲洗干净，挤干后放入已准确盛有 20mL 硫脲溶液的比色管中，盖上塞子，放入水浴中逐步升温至 100℃，保温 15～30 min，取下冷却。取出泡塑块，挤干后弃之。摇匀解脱液，用 FAAS 测定 Au。

本方法适于含 Au 量为 0.05g/t～50g/t 的铜、铅、锌矿中 Au 的测定。

金矿石（Au）

萃取 **FAAS** 法[19]

称取经干燥粉碎后过 100 目筛的金矿石①5.000g，于高压密封罐中，加 5mL 王水②，密闭后放入电烘箱于 190℃消化 4h，样品消化液经冷却，过滤，以 0.6mol/L　HCl 定容于 50.0mL 容量瓶，摇匀，然后将此溶液转入 150mL 分液漏斗中，加入 10.0mL MIBK 振荡 2min，静置分层后弃去水相。往有机相中加入 10mL 0.5mol/L HCl 洗涤振荡 1min，取有机相进行 AAS 测定。

注：①为了不使样品分解后的残渣中存有不溶性的金，故必须将金矿粉碎，并过 100 目筛以下的细粉状作为样品否则产生负误差。

②由于 Au 易受阴离子干扰，特别是 SO_4^{2-}，故用王水消化试样。

锑金矿（Au）

FAAS 法[20]

称取 20.000g 经 650℃灼烧 1h 后的锑金矿样品。用王水溶解制备成 200mL 含体积分数为 10%～20%的

王水样品溶液（以体积分数为10%的王水定容），分取50.0mL该溶液用活性炭吸附后，于650℃灰化1h，用王水溶解灰化后的残渣，溶解后蒸至湿盐状，在水浴上于HCl介质中加HBr除Sb①，反复多次蒸干后，再补加王水溶解，制成10.0mL含体积分数为20%的水介质的样品溶液。

注：①由于样品中含1%以上的Sb，而Sb的存在会导致结果偏低，所以必须加入HBr以驱除Sb。

黄铁矿（Au）

FAAS法[21]

准确称取10~25g（准确至0.01g）黄铁矿放入瓷蒸发皿，置于马弗炉中，从低温升至650℃并保持1.5 h①，取出冷却。将样品转入400mL烧杯中，用水润湿，加新配制王水30~40mL，盖上表皿，加热溶解，待蒸至体积为10mL左右，取下，加6mol/L HCl于10.0mL容量瓶中，用水定容，摇匀，取清液或干过滤后测定②。

注：①由于样品中含大量S、As及Sb，这些元素的存在将使Au的测定结果偏低，故在溶样之前，需先高温灼烧，使其挥发除去。

②本法适用于Au含量在2g/t以上的矿石，准确可靠；但当样品中Au的含量在2g/t以下时，须进行富集或用GFAAS测定。

金矿石（Au）

分离富集-FAAS法[22]

称取30.00g试样①于400mL烧杯中，加入10mL王水（1+1），在电炉上加热溶解40~50min，样品分解完全后，用水稀至200mL，于活性炭富集的抽滤装置上富集②。抽干后，取下活性炭，放入30mL坩埚内低温灰化，高温灼烧20min，冷后，滴加饱和KCl水溶液2~3滴，2mL王水，水浴蒸干，加0.6mol/L HCl溶液10.0mL搅拌使盐类溶解，澄清后，待测。

注：①遇到强氧化矿应先用HCl处理，然后补加王水（1+1），若样品含硫先用HNO_3处理，若含硫较低时可用逆王水（1+1）处理，若含碳或有机物的样品，必须在酸分解前从低温至650℃焙烧2h，灰化，否则结果严重偏低。

②吸附温度应控制在40~50℃，过滤时体积应在150~200mL。

砂金（Au、Ag）

FAAS法[23]

称取0.010~0.020mg，砂金样品于150mL烧杯中。加入少量固体KCl，加入新配制的王水20mL，盖上表皿。在低温电热板上溶解。溶解过程中需不断补加王水至样品完全溶解，去掉表皿，在水浴中蒸至近干（约2mL体积），取下冷却用水稀释至约20 mL体积，避光放置过夜使氯化银完全沉淀，用致密性定量滤纸过滤、滤液用100 mL容量瓶承接，用1%的稀王水洗沉淀至无黄色，稀至刻度，摇匀，用于测定Au。

沉淀用5%的热硫脲溶液20 mL分数次溶解于100 mL容量瓶中。用水洗滤纸数次。稀至刻度，摇匀此溶液用于测定Ag。

矿石（Au）

FAAS法[24]

称取通过200目的样品20.00g于瓷蒸发皿中，放入650~700℃的马弗炉中，焙烧1-2h，使S、P、C、As和有机物等从样品中除去。在此时翻动一次样品，并在700℃保持1h，取出冷却后移入300mL磨口三角烧杯中，加30mL HCl及10mL HNO_3，继续低温加热40min后，取下，加温水稀释至100~150mL。然后加

入泡沫塑料 0.4g，机械振荡 30min，取出泡沫塑料用自来水冲至中性，将水挤干，放入 20mL 3% 硫脲溶液的比色管中，在沸水浴上煮沸 20min，取下，冷却混匀澄清后测定。

矿石（Au）

FAAS 法[25]

称取 10.000g 样品于 50mL 刚玉坩埚中，加入小试金熔剂 40g，混匀。加 30g/L $AgNO_3$ 4 滴，置入已升温 980℃的高温电炉中，在 960～980℃熔融 25～30min，熔融物倒入铁模中冷却。砸去矿渣，取出铅扣，将铅扣锤成正方形，将灰皿置入已升温 900～950℃的高温炉中预热 0.5h，然后把铅扣放入灰皿内，待铅扣融化后 850～900℃进行灰吹。灰吹完后取出灰皿冷却，取出金银合粒，除去粘在合粒上的残渣，合粒置于 50.0mL 烧杯中，加入 2mol/L 热 HNO_3 10mL，加热溶解，待银溶解后将溶液小心倾出，用水洗涤 2～3 次，加入新配制的王水 2mL，150g/L KCl 溶液 2 滴，加热溶解，在水浴上蒸至无酸味。准确加入稀 HCl－氨水溶液 2mL 溶解盐类摇匀。以精密微量移液管吸取 200μl 溶液①，进行原子吸收测定。

注：①当取样 200μl 时，相对偏准偏差为 1%。

矿石（Au）

硫脲反萃取－FAAS 法[26]

称取矿样 10.00g，于 125mL 蒸发皿中，先在 400～500℃下灼烧 1h，后在 650～700℃高温灼烧 2h，取出冷却。把矿样移入 250 mL 烧杯中，用水浸润，加入 3mL HF，水浴蒸干后，加 10mL HCl，微热溶解残渣，然后移入 250mL 烧杯中，用水洗涤烧杯，加 20mL HCl，10.0mL HNO_3，加热至矿样完全分解，取下，冷却至室温后过滤。用 2mol/L HCl 10 mL 洗涤残渣，再用蒸馏水多次洗涤。滤液装入 100mL 的容量瓶中，用水定容。取 10.0mL 滤液，当 HCl 浓度在 2mol/L～6mol/L 时，硫脲浓度在 5%～10%范围内，金有较好的回收率，用硫脲反萃取原子吸收法测定样品中的微量金。

岩矿样品（Au、Ag）

FAAS 法[27]

称取 20.00g 矿样于聚乙烯溶样瓶中，加入 5g NaCl，0.2g $KMnO_4$，40mL HNO_3（1＋1），（对于含硫矿样，应先加入 HNO_3 处理，再加上述试剂），加盖，拧紧，摇匀。置于封闭式水浴溶样器中加热至 100℃，保温 10min，取出冷却开启盖子，加水至 200mL，摇匀，放置澄清。

吸取 100mL 样品液的上层清液，使之通过已制备的二苯硫脲—三正辛胺棉吸附柱中，控制流速 2～3 mL/min，然后用 5%HCl 溶液将烧杯和吸附柱各洗涤 3 次，取出二苯硫脲—三正辛胺棉于烧杯中，用自来水冲洗近中性，置于 25.0mL 比色管中，加入 10mL 1%硫脲溶液，于沸水浴上解脱 20min，冷却，摇匀，将二苯硫脲—三正辛胺棉压到比色管底部，按仪器条件分别测定 Au 和 Ag。

矿石（Au）

萃取 GFAAS 法[28]

将矿石粉碎磨细过 200 目筛，准确称取 1～5g（±0.001g，含金约 7μg）置于烧杯中，加入 30mL 王水，盖上表皿，用沙浴加热消化，并浓缩至 10mL 左右，加入 10mL（1＋1）HCl 溶液溶解可溶性盐。冷却后用定量滤纸过滤。如果矿样中 Si 含量高时，可将滤渣转入聚四氟乙烯烧杯中，加入 10mL HF 和 10mL HCl 继续在沙浴上加热消煮，蒸发至干，用少量 HCl 溶解残渣，过滤。与前边的滤液合并，浓缩至 10.0mL 左右，用 5mL HCl 和 15mL 水转移到 125mL 分液漏斗中，准确加入 30.0mL 甲基异丁基酮（MIBK），振荡 2min，静置分层，弃去水相。往有机相中再加 10mL 0.5mol/L HCl 溶液，振荡 1 min，取有机物作为待测

溶液，同时制备空白溶液。

矿石（Au）

分光光度法[29]

称取2.000～10.000g矿样于磁坩埚中，在600℃马弗炉中灼烧1h取出，转入烧杯中，加少许水润湿，加60mL王水，低温加热溶解，冷却，过滤用HCl（1+5）洗后呈无色（或淡黄色）。滤液转入适宜的容量瓶中（视含金量而定）。用HCl（1+5）稀至刻度。

分取部份滤液，加20～40mL王水，用水稀至200mL，加入0.6g活性炭搅拌15min，再加0.2g活性炭搅拌并放置15min，再加0.2g活性炭搅拌，过滤，用HCl（5%）洗涤7次，水洗8次，沉淀物转入瓷坩埚中，炭化，再放入700℃马弗炉中灰化，取出冷却。移于50mL烧杯中，加2～3mL王水及2滴KCl（20%溶液），于水浴上蒸干，加5mL HCl，蒸干，如此重复一次，最后用3mL HCl（40%）浸取，将浸取液用10mL缓冲液（醋酸－醋酸钠缓冲液pH为3.3～3.4：于700mL冰醋酸中加入150g结晶醋酸钠，用水稀至1L）放入25.0mL比色管中，加入0.5mL氟化钠（1%）溶液，1mL Triton X－100（20%水溶液）溶液，2mL TMK（0.02%）溶液，以水稀释至刻度摇匀，立即用1cm比色皿以试剂空白为参比，在波长560nm处测定。

绿柱石（Be、Si、Al、Fe、Ca、Mg、Ti、Mn）

ICP－AES法[30]

称取在105℃烘干的试样0.100g于银坩埚中，加入约1g粒状的过氧化钠，转动坩埚使其与样品混匀在600℃±10℃的马弗炉内熔15min，取出冷却，放入250mL塑料杯中，加入约100 mL近沸的热水浸取，待剧烈反应停止后，洗出坩埚，在搅拌下加入20 mL HNO_3，沾少许溶液擦净坩埚，冷却后，以水定容于250 mL容量瓶中，取10.0mL于预先加有5mL HNO_3的50.0mL容量瓶中，以水定容，摇匀待测。溶液中含试样80 μg/mL。

矿石（BeO）

ICP－AES法[31]

称取适量试样于事先盛有2g NaOH的镍坩锅（30mL）中，再加入3g NaOH放于升至700℃的马弗炉中，熔融30min后①，取出，稍冷。用少量沸水浸取，加入20mL HCl酸化，冷却后定容于100 mL容量瓶中，混匀。分取5.0mL此溶液于100mL容量瓶中，以HCl（5+95）定容，混匀。将此溶液与标准溶液一起按测定条件在ICP－AES仪上进行测定，并由计算机计算出结果。

注：①试样采用镍坩锅（30mL）用NaOH于700℃的马弗炉中碱熔融与采用HCl + HNO_3 + HF + $HClO_4$酸缓慢溶解后进行测定比较，发现酸溶解的试样结果偏低，故采用700℃碱熔融。

铁矿（Ca、Al、Mn、Cu、Ti、Si、P）

ICP－AES法[32]

称取0.100g样品加入5mL HCl，0.2mL HF，在1.5 mPa（15tooms）下加热2min，保持10min。再加15mL H_3PO_4（5%），加热5 min，冷却后放入50.0 mL容量瓶中，定容，待测①。

注：①本工作用微波密闭溶解样品。

铬铁矿（Cr、Al、Fe、Si、Mg、Mn）

ICP－AES法[33]

称取0.0500g铬铁矿样品，与1.5g助熔剂（Na_2CO_3 + $Na_2B_4O_7$ = 2 + 1）在白金坩埚内混匀，置于950℃

马弗炉内灼烧 12min，取出后，用 50.0mL 25%的热 HCl 浸出，样品熔解完全后，移入 100mL 容量瓶中，用水定容摇匀。将上述样品溶液 10.0mL 移入 50.0mL 容量瓶中，加入 4mL HCl（1+1），用水定容，摇匀，过滤、待测。

粗铅、电铅（Cu、Bi、Sb）

FAAS 法[34]

粗铅：按筛上，筛下重量比称取 5.000g 试样于 300 mL 烧杯中，加 10 mL 酒石酸溶液（10%）50mL HNO_3（1+1），盖上表皿于电热板低温处加热溶解完全，冷却后移入 1000 mL 容量瓶中，以水定容，用以测定 Bi 和 Sb。

移此上述溶液 10.00mL 于 50.0mL 容量瓶中，以水定容用以测定 Cu。

工作曲线溶液的配制也要加入酒石酸及 HNO_3。

电铅：准确称取剪碎的金属试样 1.000g 于 50.0mL 烧杯中（随同试样做空白试验），加 2mL 酒石酸（10%）溶液，10.0mL HNO_3（1+3），盖上表皿于电热板上低温加热溶解完全，冷却后移入 25.0mL 比色管中，稀释至刻度摇匀，备用。

工作曲线溶液 25.0mL 也加入 1mL 10%酒石酸（10%）与 5mL HNO_3（1+1）。

铁矿石（Fe）

示波极谱法[35]

称取 0.100~0.150g 试样于盛有少许 NaOH 的银坩埚中，加入 4g NaOH 复盖试样，于马弗炉中加热至 400℃，恒温 10min，然后升温至 700℃，恒温 30min。取出冷却，热水浸取并洗入 250mL 烧杯中，加 HCl 20 至 25mL 酸化，过量 5mL，热微沸数分钟至可溶性盐溶解，冷却，转入 100mL 容量瓶中，稀释至刻度，摇匀。分取 5.0~10.0mL 于 50.0mL 比色管中，按实验方法测量 Fe 的峰电流，分取 Fe 标准溶液 4.0mg 于 50.0mL 比色管中（共三份），加入 10mL 柠檬酸钠液，摇匀，加甲基红指示剂 2 滴，用 HCl（1+1）调至溶液呈黄色，加 10mL NH_4Cl-NH_4OH 溶液，摇匀，加 2mL Na_2SO_3 溶液，1mL 动物胶溶液，用水稀释至刻度，摇匀。于示波极谱仪上（常规）-1.32V 处（S.C.E）测定铁的峰电流。

重晶石（Hg）

冷原子吸收法[36]

称取 0.200g 试样于 100mL 烧杯中，加入 5mL HNO_3、5mL $HClO_4$、低温加热使试样溶解，继续加热至体积约为 2mL，取下，冷却，移入 50.0mL 容量瓶中，用水稀释至刻度、摇匀。

取 10.0mL 溶液于反应瓶中，连流抽气装置，加入 5mL $HClO_4$（1+9），用水稀释至 10.0mL，加入 1mL $SnCl_2$溶液，迅速盖好反应瓶，接通测汞装置．测定并记录最大吸光度。

注：①Hg 标准溶液：按常规配制成 0.2mg/mL，用 HNO_3（5+95）稀至 0.1μg/mL，备用

②$SnCl_2$：100g/L，HCl（1+9）介质

锌精矿（Hg、As、Sb）

FAAS 法[37]

称取未烘试样 0.100g[①]于 100mL 容量瓶中，加入 30mL 王水（1+1），置于近沸的水浴上分解矿样 1h（经常摇动）冷却后，用水稀释至刻度，摇匀，备用，此为 A 液。

准确吸取上述溶液 A 液 1.0mL 于 25.0mL 比色管中，加 7.5mL 王水（1+1），稀释至刻度摇匀，此为 B 液。取此溶液 2mL 同标准系列一起测定 Hg。另取 A 液[②]1.0mL 同样放入 25.0mL 比色管中，加入 2.5mL

HCl 及混合预还原液 2mL，稀释至刻度，摇匀，放置 20min 后，取 2.0mL 此溶液同相应的标准系列测定 As、Sb。

注：①为保证取样有代表性，故取样不得小于 0.100g。

②分取 A 液要很准确。

铜精矿（Ni）

FAAS 法[38]

称取铜精矿样 0.100～0.200g，将试样置于 125mL 锥形瓶中，用少量水润湿，加入 HCl 10mL，盖上表面皿，置于电热板上加热数分钟，取下稍冷。加入 HNO_3 10mL（如析出单体硫，加入溴 0.5mL；如试样含碳量较高，加入 $HClO_4$ 2～3mL），置于电热板上加热使试样完全分解，继续加热蒸至近干，取下稍冷，加入 HNO_3 5mL。用少量水吹洗表面皿及烧杯壁，置于电热板上加热可溶性盐类溶解，取下，冷至室温。移入 100mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀，静置。于波长 232.0nm 处，使用空气－乙炔火焰，以水调零，测量吸光度。从工作曲线上查出相应的镍浓度。

铅锌矿（Pb、Zn、Cu、Fe）

X 荧光光谱法[39]

1、溶液：称取 0.400g 选矿样品于 150mL 烧杯中，加 20mL HCl 在低温电炉上加热至沸腾 5min，再加 7－8mL HNO_3，蒸干，近干时温度要降低一点，以防蹦溅，用 22% NaCl 加 7% 的 HCl 配成的溶液吹洗表面皿和杯壁。体积大约 30mL，再放到电炉上加热至沸，使盐类溶解，取下于冷水中冷却后转至 50.0mL 容量瓶中，澄清备用。

2、制片：用 1.0mL 移液管移取样品溶液，点滴 0.3mL 于放置在平板玻璃上的 Φ50mm 测尘滤膜上（滤膜正面向上），后用 Φ　45mm 的中速或慢速定量滤纸覆盖，自然晾干后待测。

锌矿（Pb）

FAAS 法

称取 0.500g 样品①于聚四氟乙烯坩埚中，加 5mL HNO_3，15mL HF，1.5mL $HClO_4$，加热溶解至 HCl 烟冒尽，加 6mol/L HCl 5mL，加热使盐类完全溶解，用水移至 50.0mL 容量瓶内定容摇匀，待测②。

注：①标品为标样 GBW 07237。

②标准系列溶液为 0.6mol/L 的 HCl 介质。

钒钛铁矿（Si、Al、Ca、Mg、Fe、V、Ti、Mn、Cu、Co、Ni）

微波炉消解、ICP－AES、AAS 法[41]

准确称取 0.1g 标准样品 BHO 102 于聚四氟乙烯罐中，用少量水洗罐壁，加入 10mL HCl 及 0.5mL HF。将消解罐上放好安全阀，于盖帽台上旋紧盖帽，将消解罐放置于微波炉内的旋盘上并连好排气管。

对于样品 BHO　104 加入 10mL HCl 及 2mL HF 其它操作同上。

将溶罐（消解罐）放在微波炉中之后，接通仪器电源。开启 MDS－81D 微波炉通风至最大流速。开启转盘使之以 6r/min 单方向 360℃连续旋转。

按所设程序，启动起始开关，样品开始加热，溶毕，样品溶液冷却至室温后，打开溶罐，对 BHO 102 样品，加 4% 硼酸 6mL，15mL HCl，转移溶液至 500mL 容量瓶内，以水稀释至刻度，摇匀①。待测酸度最终酸度为 5%HCl，此溶液用以作 ICP－AES 及 AAS（Ca、Mg、Mn）测定。

对 BHO　104 样品加入 20mL 硼酸（4%）15mL HCl，其它同上。

用 AAS 法测定 Cu、Co、Ni 时，称取样品 0.500g，最终体积稀释至 50.0mL，其它同上。

注：①溶液若有残余物，则需过滤。

钨矿（Sn）

HG – AAS 法[42]

称取 0.100 ~ 0.500g 试样置于 25mL 刚玉坩埚中，加 2.5g 过氧化钠与试样搅拌均匀，再覆盖 0.5g 过氧化钠。将坩埚移入 700 ℃马弗炉中熔融 7 ~ 10min。取出冷却，用热水吹洗坩埚底部，再将其浸入已盛有 20mL 30% 酒石酸溶液和 35mL 沸水的 200mL 烧杯中，盖上表皿。待熔融物全部溶解后（加试液呈绿色或黑红色，表明试液的 pH 值如不在 3 ~ 4 之间，应补加适量酒石酸至颜色消失），用水洗净坩埚，将溶液加热微沸 2 ~ 3min，冷却后移入 100mL 容量瓶中，加 20mL 30% 酒石酸、8mL 5% 硫脲 – 5% 抗坏血酸混合溶液和 2mL HCl（1 + 1），以水稀至刻度，摇匀。分取 25.0mL 清液于氢化物发生瓶中，接好氢化物发生瓶及吸收装置，比色管中预先加入 5mL 0.2% 高锰酸钾溶液和 2.5mL H_2SO_4（1 + 1），用水稀释至约 15mL，摇匀。调整螺旋夹，使硼氢化钾溶液以每分钟约 1mL 的速度滴入发生瓶中。至滴完 15mL 硼氢化钾溶液后关闭旋塞，取下比色管，滴加 5%抗坏血酸溶液还原过量高锰酸钾至无色，依次加入 1mL 2%草酸溶液、3mL CTMAB 溶液和 1mL SAF 溶液，以水稀释至刻度，摇匀。放置 5min 后，在分光光度计上用 1cm 吸收池，以试剂空白为参比，于波长 510nm 处测量吸光度。

工作曲经绘制：移取含 0 ~ 15μg 锡的标准溶液于 50.0mL 容量瓶中，加 1 滴 0.5%溴酚兰指示剂，用 50%氢氧化钠溶液调到蓝色，再滴加 HCl（1 + 1）调回至黄色。加入 10mL 30% 酒石酸、4mL 5% 硫脲 – 5% 抗坏血酸溶液和 1mL HCl（1 + 1），以水稀释至刻度，摇匀。取 25.0mL 试液于氢化物发生瓶中，以下操作同分析步骤。

矿石精砂（W）

FAAS 法[43]

称取经过粉碎的样品 0.100 – 0.250g（视含量而定）置于石英坩埚中，加 1g 经过溶融的硫酸氢钾，在本生灯火焰上熔融 30 ~ 40min，开始熔矿时使用小火，直至所有的硫酸氢钾熔化以后再逐渐增大，火焰至中等强度，熔后冷却，注入 10mL 10% 酒石酸溶液，防止钨和其它元素以沉淀形式析出。加上盖，隔一层石棉板在电热板上仔细地温热坩埚，并用玻璃棒搅拌熔块。把未溶完的样品转移至 100mL 烧杯中，在电热板上继续加热使之完全溶解，加少许纸浆，用 Whatman No.40 号滤纸过滤至 100mL 容量瓶中，烧杯和残渣用蒸馏水清洗，滤液并入容量瓶，稀释定容后，用原子吸收，以一氧化二氮 – 乙炔火焰进行测定。

矿石（Yb）

干灰化 – FAAS 法

称取矿样 0.100g 放入已加有 1.00g Na_2O_2 的高铝坩埚内混匀，置于已升至 700℃的马弗炉中，熔融 15 min，取出冷却。放入 250 mL 烧杯中，用 50g/L EDTA 和热水提取熔块。加热 30min，冷却后用滤纸过滤。再用 10g/L NaOH 溶液洗涤沉淀，弃去滤液，用 7mL 6mol/L 热 HCl 洗涤沉淀，用原烧杯接滤液，最后用 1.2 mol/L 的热 HCl 洗涤滤纸，将烧杯置于电热板上加热浓缩至体积的 5 ~ 6mL，取下冷却转移至预先装有 5mL 200g/L 柠檬酸三钠和 5mL 200g/L 磺基水杨酸的 25.0mL 容量瓶中，用水稀至刻度，摇匀待测①。

注：①H_3PO_4 和 H_2SO_4 严重干扰 Yb 的测定，在溶此类矿石时不能使用。

铜精矿及废料（锇同位素）

ICP – MS 法[44]

准确称取分析试样 1.0g，放入已用 2g NaOH 垫底的石墨坩埚中，覆盖 4g Na_2O_2，于 650℃ 马弗炉内熔

融40min。冷却后水浸取，溶液全部转入蒸馏瓶，加入（1+1）H_2SO_4 20mL，饱和 $KMnO_4$溶液 10~20mL，于105~110℃ 蒸馏。后用冰浴水冷凝及接收 OsO_4　馏出液约25.0mL（15~20min），定量加入内标元素Au，定容至25.0mL供ICP-MS测定。

将含Os 1.0 g/L的 $(NH_4)_2OsCl_6$标准溶液配制成含Os 1.0 mg/L的10% HCl溶液。将此溶液各移取1mL和10.0mL，分别转入蒸馏瓶中，按上述试样蒸馏方法分别接收 OsO_4　馏出液约25.0mL，定量加入内标元素Au，定容25.0mL，分别制得两个氧化锇标准溶液，含Os浓度40μg/L（低点标准）和400μg/L（高点标准）。依据普通锇的同位素自然丰度值（用ICP-MS测量其同位素比值验证）。并做空白试验。

6.4 地质样品

地质样品（Ag）

FI-AAS 法[45]

王水溶样：称取0.500~1.000g样品于100mL玻璃烧杯中，加入20~40mL王水（1+1），在垫有石棉板的电炉盘上溶解至湿盐状，加入1mL王水（1+1），用蒸馏水转入10.0mL比色管中，静置澄清，即可同标准同时测定。加入0.5mL动物胶（1+99），可缩短澄清时间而不影响结果。

氢氟酸溶样（高硅样品）：称取0.500~1.000g样品于100mL聚四氟乙烯烧杯中，加入20mL王水（1+1）溶至近干，加入10mL HF及10mL HNO_3，溶至近干，再加入8mL HF，5mL HNO_3，0.5mL $HClO_4$，加热至 $HClO_4$ 大冒烟，取下，加入1mL王水（1+1），用蒸馏水转至10.0mL比色管中，静置澄清，即可同时与标准测定。

金银地质标样（Ag）

FAAS 法[46]

称取1.000g试样于150mL烧杯中，加入20mL HCl置电热板上加热30min，再加5mL HNO_3，继续加热至样品分解完全，蒸至近干，冷却后，加8mL HCl，2mL HNO_3，加热溶解残渣①，然后将溶液和残渣移入50.0mL比色管中，以水稀释至刻度，摇匀，溶液澄清后，待测②。

注：①黄铁矿、方铅矿、闪锌矿等含S较高的试样，可适当补加HCl，延长用HCl分解样品的时间避免加 HNO_3 后析出硫磺。

②配制标准系列溶液时，应保证HCl介质的浓度>1.8 mol/L，以及HCl等酸的加入顺序，否则会有沉淀生成。

地质样品（Au、Ag、Ga、In）

萃取-**GFAAS 法**

称取5.000~10.000g样品于聚氟乙烯烧杯中，用蒸馏水润湿后，先后加入15~20mL HCl和5mL HNO_3，加热分解片刻后加10~30mL HF，缓慢加热分解样液至湿盐状，加入20~30mL王水，继续缓慢加热分解样液至近干。加入10mL 50% HCl，煮沸后加7.5mL HCl，冷却后移至25.0mL容量瓶，用水稀至刻度。

吸取样液（或含盐酸50%的Au、Ag、Ga、In混合标准液）10.0mL于50.0mL分液漏斗中，加0.1 g/mL的抗坏血酸10.0mL，摇匀后加0.8%的KI和60%的HBr各2.5mL，摇匀后加5mL MIBK，萃取1min，分层后弃去水相，加入2~5mL 2%的硫脲①，反萃取1min，分层后取出水相供GFAAS测定②。

注：①若样液含铜较高则需补加5mL环已烷。

②测定Ga时往石墨管中注入10μL 1mg/L Ni $(NO_3)_2$作为基体改进剂。

地质样品（Au、Ag、Tl）

萃取 AAS 法[48]

称取 0.200～1.000g 样品均可。对于 0.500g 以下的样品，用 25mL 逆王水冷浸后加热分解至溶液近干，取下稍冷后加入 25mL 王水（1＋1），加热至 10mL 时取下，放至室温，用水稀至 50.0mL，投入一块泡塑，以下按试验方法进行金、银、铊连续测定。对于 1g 称样量，可先在马弗炉中从室温升至 450℃烧 1h，再升至 600～700℃烧 1 h，取出冷却，转入聚四氟乙烯烧杯中，用水润湿，加入盐酸 10mL，氢氟酸 5mL，加热溶解至湿盐状时，加硝酸 2～3mL 赶 HF1～2 次，用 25mL 王水（1＋1）转入 200mL 三角瓶中，加热至 10mL 时，取下放至室温，用水稀至 50.0mL，投入一块泡塑，于振荡器上振荡 30min，取出泡塑（溶液测银），用 H_2SO_4（1＋99）水溶液吹洗，挤压数次后，挤干泡塑并放入已盛有 3.0～10.0mL EDTA 溶液的 25.0mL 具塞比色管中，加盖，在沸水浴上解脱 15～20min，取出泡塑，溶液测铊。将解脱过铊的泡塑用水洗至中性后挤干，放入盛有 5.0～25.0mL 硫脲的比色管中，加盖，在沸水浴上解脱 30min，取出泡塑后溶液测定金。

地质样品（Li）

ICP－AES 法[49]

称取 0.100g～0.500g 样品于聚四氟乙烯坩埚中，加入少量 H_2O 润湿，加 5mL HNO_3，10mL HF 和 3mL $HClO_4$，加热分解至 $HClO_4$ 冒烟至近干，取下冷却，加 10mL HCl（1＋3）浸取，加热煮沸，取下冷却，转入 25.0mL 容量瓶中，加入 KCl 溶液使 C_k = 6mg/mL，以水稀释至刻度，摇匀备用。

地质样品（Pb）

FI 富集 HG－AFS 法[47]

称取 0.500g 试样于聚四氟乙烯坩埚中，用少许水润湿，加入 HCl　5mL，低温加热 10min～20min 后，加入 HF　7mL 及 $HClO_4$　2mL，低温加热蒸发至冒浓白烟，再加入 HF　3mL，继续加热至冒浓白烟，取下冷却后，HNO_3　3mL，加热至白烟冒尽。在坩埚中加入（1＋1）HCl　4mL，温热使盐类溶解，用水转移入 100mL 容量瓶，定容至刻度。在选定的仪器和流速参数下与标准系列溶液同时测定①。

注：①本方法用离子交换柱进行富集，使用 D 401 螯合树脂处理后装柱。

化探样品（Ag）

ICP－AES 法

称取 0.200～0.500g 化探样品①于塑料坩埚中，用少量水润湿，加入 5mL　HNO_3，2mL HCl，4mL $HClO_4$，加热分解。冒白烟后取下，加入 1mL HNO_3 和 9mL 热水，使盐类溶解，冷至室温后，倾入预先铺有巯基棉②的滤纸过滤。以 1%　HNO_3 洗数次（每次 2mL），最后用 2N HBr 溶液 20mL 分次洗脱银（每次 0.2mL），洗脱液用 10.0mL 比色管收集，加入内标液（10 μg　CdO/mL）0.5mL，用水稀至 5.0mL，匀摇，供 ICP－AES 测定用。

注：①对含有机物及硫化物的矿样，需在 550℃下灼烧。

②巯基棉约 0.1g 用 10% HNO_3 平衡。

化探样品（Pb）

FAAS 法

称取 1.000g 样品于 100mL 聚四氟乙烯坩埚中，加少许水润湿，依次加入 15mL HCl①，5mL HNO_3，

10mL HF，1mL $HClO_4$，于电热板上蒸发至湿盐状，取下，加2.5mL HNO_3，用水稀至10.0mL左右，加热至盐类溶解后取下冷却，稀至50.0mL，摇匀，待测②。

注：①如果样品中含S量较高时，加入HCl后需在电热板上加热，除S后再依次加入其它酸。

②此方法尚可测定Cn、Zn、Co、Ni。

化探样品（Sn）

HG－FAAS法

在1KW电炉上放置两块厚约6 cm的耐火砖，两砖之间空出一条能插入25.0 mL比色管的缝隙。称取0.100g试样于25.0 mL比色管中，加入0.8g碘化铵，混匀后盖上管塞，插入砖缝中控制温度在400℃左右加热分解20 min。取下冷却后，加入10mL 10% HCl，于60℃水浴上加热浸取10 min，放置冷却，加入10mL 0.25%草酸溶液，以水稀至刻度，摇匀，澄清后取2.5mL上清液同标准溶液一起进行测定。

Sn标准曲线按常规配制：在25.0mL比色管中加入不同Sn量后，加入1mL HCl，10 mL草酸—碘化铵混合溶液，以水稀释至刻度。准确吸取2.5mL标准溶液于氢化物发生器中，塞紧之后打开加入硼氢化钾溶液活塞，测定吸收值，达到峰值后关闭活塞。启开发生器塞子，放出废液，清洗后准备下一次测定。

参考文献

[1] 冶金分析国外文献摘译专辑（内部），1986（6、7）：64～65

[2] 陈友祎．痕量分析，1985，（3～4）：80～81

[3] 冶金分析国外文献摘译专辑（内部），：1986（6、7）：66～67

[4] 李梅，蔡宁，曹亚萍．塞曼火焰原子吸收光谱应用手册．北京：地质出版社，1996：139

[5] 陈友祎，裴世桥．微量元素研究进展（第一辑）．北京：化学工业出版社，1995：140～144

[6] 李梅，蔡宁，曹亚萍．塞曼火焰原子吸收光谱应用手册．北京：地质出版社，1996：366

[7] 胡玛丽，宋卫良，闻向东．分析试验室，2002，21（增刊）：198－199

[8] 黄亚励，刘绍璞．分析化学，27（4）：444～447

[9] 刘长松，周惠文，关虹．分析化学，1986，14（2）：142～143

[10] 李梅，蔡宁，曹亚萍．塞曼火焰原子吸收光谱应用手册．北京：地质出版社，1996：7

[11] 李梅，蔡宁，曹亚萍．塞曼火焰原子吸收光谱应用手册．北京：地质出版社，1996：2

[12] 周宗侯，浩杰，徐杰．分析实验室，1993，12（6）：65～66

[13] 李林．冶金分析，2001，21（1）：66

[14] 钟超宏，郑梦云，卢振国．分析实验室，2000，19（1）：75～76

[15] 李玉珍，邓宏筠．原子吸收分析应用手册．北京：北京科学技术出版社，1990：164～166

[16] 陈建国，刘肖芳，赵华强．冶金分析，1995，15（6）：53～5

[17] 祝建国，陈港泉，张建军．化学分析计量，2002，11（6）：13－14

[18] 关雄俊，谢涛，李德芳．微量元素研究进展（第二辑）．北京：万国学术出版社，1997：246～247

[19] 李梅，蔡宁，曹亚萍．塞曼火焰原子吸收光谱应用手册．北京：地质出版社，1996：50

[20] 李梅，蔡宁，曹亚萍．塞曼火焰原子吸收光谱应用手册．北京：地质出版社，1996：51

[21] 李梅，蔡宁，曹亚萍．塞曼火焰原子吸收光谱应用手册．北京：地质出版社，1996：52

[22] 李梅，蔡宁，曹亚萍．塞曼火焰原子吸收光谱应用手册．北京：地质出版社，1996：49

[23] 邵文军．光谱学与光谱分析，1994，14（2）：105～108

[24] 李玉珍，邓宏筠．原子吸收分析应用手册．北京：北京科学技术出版社，1990：166～167

[25] 李梅，蔡宁，曹亚萍．塞曼火焰原子吸收光谱应用手册．北京：地质出版社，1996：53

[26] 赵先英．第五届全国原子光谱分析学术报告会论文摘要．武汉：（内部资料），1996：149

[27] 薛光．第五届全国原子光谱分析学术报告会论文摘要．武汉：(内部资料)，1996：121
[28] 于建国．现代实用仪器分析方法．北京：中国林业出版社，1994：40～41
[29] 铁生年，云彦青，严文福．微量元素研究进展（第二辑）．北京：万国学术出版社，1997：240～241
[30] 张永盛，谭雪英．分析实验室，1993，12（5）：61～63
[31] 杨萍，陈云红．分析试验室，2002，21（5）：16～17
[32] 陈容玉，寿臻宇．第五届全国原子光谱分析学术报告会论文摘要．武汉：(内部资料）1996：92
[33] 刘克玲，谭海滨，周大昀．光谱学与光谱分析，1996，16（1）：85～90
[34] 张贤．分析试验室，2002：21（增刊）：155～156
[35] 曾敏仪，刘翠鲜，马忠良．有色金属分析通讯，1994，(2)：21～23
[36] 邓汉金．冶金分析，2001，21（1）：61～62
[37] 祝建国，毛振才．第五届全国原子光谱分析学术报告会论文摘要．武汉：(内部资料)，1996：178
[38] 邵从和，陈小燕．理化检验（化学分册)，2000，36（3)：129。
[39] 殷秀文，郝贡章．有色金属分析通讯，1996，(1)：12～16
[40] 殷秀文，郝贡章．分析实验室，1996，15（1)：80～83
[41] 李报厚，于仲权，韩凯．光谱学与光谱分析，1991，11（1)：60～63
[42] 徐其林．分析实验室，1988，7（2)：55
[43] 黄学义 译．分析化学 译刊，1988，5（12)：53～57
[44] 章新泉，童迎东，刘晶磊．分析化学，1999；27（4)：461～463。
[45] 龚楚舒，郭小伟，苏致兴．冶金分析，1996，16（2)：9～11
[46] 李梅，蔡宁，曹亚萍．塞曼火焰原子吸收光谱应用手册．北京：地质出版社，1996：6
[47] 池泉，陈飞，谭春华．分析化学的成就与挑战．重庆：西南师范大学出版社，2000：99
[48] 侯嘉丽．分析实验室，1994，13（1)：82～85
[49] 陈俊芬．光谱学与光谱分析，1996，16（3)：79～82

第 7 章　冶金和钢铁类

7.1　概述

金属及其原材料可以大致分为金属、合金、金属原材料及钢铁等几类。为分析这些材料中的化学成分，必须将采集来的试样分解制成溶液。分解试样可以采取干式分解法，也可以采用湿式酸分解法。分解试样之前，应尽可能地多了解试样的大致组成及其含量、待测成分及其含量、影响测定和需要分离的成分及其含量，选择最合理的分析方法分析试样时必须避免待测成分的损失和从外界引入的沾污，必须注意所用试剂与试样成分生成难溶性沉淀和金属离子的价态变化。选择合理的分解方法有时在分解试样的过程中即能实现待测元素的分离、富集或除去干扰元素。巧妙地利用难溶性沉淀生成、金属离子的价态变化和挥发性化合物的生成等现象，可以大幅度地提高分析工作效率。

钢铁中除分析线处于真空紫外区的 C、S、P 元素外，其它元素几乎都可以用原子吸收方法测定。只是有些元素的灵敏度差些而已，如 B、W、Ta、Zr 等元素，而大多数元素都可准确、快速地测定。

钢铁样品一般比较容易分解，可用 HCl – HNO_3、HCl – HNO_3 – $HClO_4$以及 HCl – H_2O_2 进行分解。当样品中含 Cr 及 W 量高时，可在微热的 HCl 中，滴加少量 HNO_3。含 W 高的样品，为了防止 W 沉淀，可在样品溶解后，用 H_2SO_4 – H_3PO_4 混酸冒烟处理，以便将 W 保留在溶液中。

高温合金样品一般成分复杂，除含有高含量的 Ni、Cr、Co 外，还含有 W、V、Al、Ti 等较难以原子化的元素，这些都给原子吸收分析带来一定的困难。在溶解样品时，建议采用 HCl – HNO_3 混酸溶样，经冒烟转为 H_2SO_4 – H_3PO_4 介质进行测定，因 H_3PO_4 可以络合 W。同时 H_3PO_4 又是测定 Mo 的干扰抑制剂，可保证 Nb、Ta、Zr、Hf 等元素不致析出，以便对 Cr、Co、Ni、Mn、Mo、Fe、Cu、Al 及 Ti 等元素顺利进行测定。

钢铁及高温合金钢中的有害杂质元素，如 Pb、Bi、As、Sb、Sn 等，可以采用氢化物发生 – 原子吸收法进行测定。这种方法简便易行，而且灵敏度可以满足测定的要求。目前许多冶金部门已采用此方法测定 As、Bi、Sb、Sn、Pb 等元素。

金属锡易溶于 HCl、热的 H_2SO_4 和王水，在稀 HCl 和稀 H_2SO_4 中溶解非常慢。锡也能溶于氢溴酸和氢碘酸，但不溶于 HNO_3。锡在 HNO_3 中生成白色不溶性偏锡酸沉淀。偏锡酸可溶于 HCl、热的 H_2SO_4 及苛性碱溶液中。用 HCl 或王水分解试样时若直接蒸干，锡会以二氯化锡的形式挥发，因而必须加入 H_2SO_4 后加热至冒烟。分析金属锡中的砷、锑时用 HCl 和 HNO_3（200 + 7）的混合酸分解试样。

金属锑可溶于加热的王水和盐酸与氢溴酸、氢溴酸与溴、盐酸与氯化钾等混合酸之中，此时溶液中的锑呈五价。用热硫酸或热硫酸加硫酸钾分析试样，溶液中的锑呈三价。用 HNO_3 分解锑，锑生成不溶性三价和五价的混合氧化物，但金属锑溶解于含有酒石酸的硝酸之中。必须注意用 HCl 加热处理锑时，锑易于以三氯化锑的形式挥发。分析金属锑中锡用 H_2SO_4 分解试样，分析金属锑中，砷用 H_2SO_4 或 HCl 与 HNO_3（5 + 1）的混合酸分解。

金属铅可溶于（1 + 1）的热 HNO_3 中。分析金属铅中的铋、锑、锡和砷用（1 + 4）的 HNO_3 分解试样。

分析白铜、焊锡和铅字合金中的锡用 H_2SO_4 分解试样，分析锑用 H_2SO_4 加硫酸钾分解试样。

金属锗一般用硝酸加盐酸分解。

单质砷和含砷合金溶于有氧化性的酸中。

单质硒溶于 HNO_3 和王水。

单质碲用（1 + 1）HNO_3 和 H_2SO_4、王水或（1 + 1）HCl 加 HNO_3 溶解。单质碲和碲的氧化物都能溶于热的氢氧化钾。

7.2 金属类

镍基合金（As）

GFAAS 法[4]

称取样品 0.0500g 于 50mL 烧杯中，加入 1mL HCl，1mL H_2O_2，加盖浸泡．对于溶解过程中易产生沉淀的样品，须预先加入 1g 酒石酸，冷却，移入 5.0mL 容量瓶中，用水稀释至刻度．摇匀备用．测定前先向石墨平台上加入 20μl 钯溶液，在 180℃下干燥（钯为基体改进剂）再加样品溶液，进行测定。

碳钢、低合金钢（Al、As、Co、Ni、Cr、Cu、Mn、Mo、P、Si、Sn、Ti）

ICP－AES 法[3]

称取样品 0.500g 置于 100mL 烧杯中，加入 30mL HNO_3（1＋5），3mL　HCl，放置片刻，待剧烈反应减缓后，加热溶解。当冒大气泡时，表明试样溶解充份。冷却，移入 100mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀待测。如溶液中有碳化物沉淀，需沉淀后测定上层清液。

锆铀合金（Al、Ca、Co、Cr、Cu、Fe、Mg、Mo、Mn）

ICP－AES 法[1]

称取 50mg 样品于聚四氟乙烯溶样罐中，加 5mL HNO_3 和 2mL HF，拧紧上盖放入微波炉。用 7 档功率溶解 1h 后，取出冷却至室温。打开上盖蒸至约 1mL，再加 3 mL HNO_3 蒸至约 1 mL，反复 2 次，驱除 HF。冷却后分离铀。

色层柱的制备：称取 1g 粒度为 0.125～0.200mm 的聚偏氟乙烯粉于烧杯中，加 10mL 乙醚和 1.2mL TBP，混合搅拌驱除乙醚。加水浸泡一天，湿法装柱（内径 4mm，高 100mm）。用酸淋洗至空白合格为止。

锆和各待测杂质元素的淋洗：取高号标准溶液 5mL 于聚四氟乙烯坩埚中，蒸至约 1mL 并转移至预先用 5mol/L HNO_3 平衡过的色层分离柱中，用同种溶液淋洗，流速约 0.5mL/min。每 1mL 收集 1 份，共 10 份。上机测量，结果表明，各元素主要集中在 2～4mL 的淋洗液里。因此，实际样品分离时，弃去前 1mL，共收集 6mL。然后，用水定容至 10.0mL，使酸度基本与标准系列溶液匹配。

铀的解脱：用约 0.5mol/L HNO_3　25mL 淋洗即可。

铝镁锗硅合金（Al、Mg、Ge、Si）

ICP－AES 法[2]

称取 0.0100g 试样于 15mL 铂坩埚中，加入 2mL HNO_3（1＋1）4 滴 HF（40%大约 0.1mL），室温下放置使其溶解，待试样完全溶解后，加入 2.0mL H_3BO_3（3%）络合过量 F^-。放置 30min 后，转入 100mL 容量瓶中，用水定容转入塑料瓶中待测。

钛基复合材料（Al、Zr、Si、Sn、Mo、Ta）

ICP－AES 法[64]

称取 0.100g 钛基复合材料置于聚四氟乙烯烧杯中，加入 15mL HCl，15 滴 HF，水浴加热（温度不高于 60℃），待试样溶解后，加入 3mL HNO_3，继续加热，直至溶液澄清为止。冷却后，移入 100 mL 塑料容量瓶中，加入 3.00mL　V 内标溶液（0.40mg/mL），用水稀释至刻度，摇匀①。

注：①高、低标准溶液 钛合金标准样品与试样同时处理，加入适量 Al、Zr、Si、Sn、Mo、Ta 的标准溶液即成高标溶液。低标溶液为试剂空白溶液。

镁锭（Al、Fe、Cu、Mn、Si、Ni）

粉末化学 – **AES** 法[29]

准确称取 0.25g 镁锭样品于 100mL 烧杯中，以 2mL（1 + 1）HCl 溶解后移到 50.0mL 容量瓶中，再加 3mL HNO_3，以水稀至刻度，混匀。该样品溶液的最终酸度为 1mol/L。将试样与参比样在选择仪器的工作条件下同摄于一块感光板，平行 2 ~ 3 次，经暗室处理，用测微光度计与 PC – 1500 数据处理系统联机（以 ΔS – log C 为工作曲线），即可打印出样品溶液中待测元素的浓度。

钯钡合金（B）

ICP – AES 法[5]

称取试样 0.1000g 于 100mL 烧杯中，加 5mL 王水加热使之溶解，缓慢蒸至近干，补加 5mL 王水，以水洗杯壁及表皿，微热使结晶溶解，根据试样中 Ba 的含量，移至 100 ~ 250mL 容量瓶中定容。

分取该溶液 25.0 mL，于 100 mL 容量瓶中，补加王水，使溶液中王水浓度保持在 4%，以水定容摇匀后进行测定。

镁合金（Be）

分光光度法[6]

称取 1.000g 试样于 300mL 烧杯中，加少许水，分次加入 20mL HCl（1 + 1），剧烈反应停止后，用水冲洗杯壁，加 2 滴 H_2O_2（30%）在电炉上加热煮沸 3min，取下冷却，移入 100mL 容量瓶中，加水稀至刻度，混匀，同时用 1.000g 精镁（99.95%不含 Be）作空白试验。

称取 10.0mL 上述试液于 50.0mL 容量瓶中，加入 5mL 酒石酸钠（100g/L），2mL EDTA（100g/L），混匀，加入 1.7mL 浓氨水，混匀，加入 4mL 氨 – 硝酸铵缓冲溶液（pH = 9.6），4mL CTMAB①（3g/L），轻轻摇匀，放置 5min，边摇边加入 2.0mL SCR②溶液（2g/L），混匀并放置 5min，以水稀释至刻度，混匀放置 10min，在分光光度计上，用 3cm 吸收皿，在波长 558nm 处测定吸光度。

注：①CTMAB：溴化十六烷基三甲基铵（3g/L）。

②SCR：依莱铬菁兰 R（100g/L）。

硅钙合金（Ca）

FAAS 法[7]

称取 0.5000g 试样于 100mL 聚四氟乙烯坩埚中，慢慢滴加 10mL HF，待剧烈反应停止后再滴加 5mL HNO_3，低温蒸干取下，加 50mL HCl（1 + 1）于低温处加热溶解，移入 250mL 容量瓶中定容。移取 10.0mL 试液于 100mL 容量瓶中，加入 10mL 的镧盐溶液（10%）①，定容待测。同时平行做一份空白溶液②。

注：①氧化镧溶液 作干扰抑制剂。

②高硅合金中测定常量钙时，试样的分解常用铂金坩埚高温碱熔。该方法严重腐蚀坩埚，不仅麻烦，成本也高，而酸溶法结果往往偏低，但用原子吸收法测定钙时，酸溶结果却相当稳定。

合金钢（Cd）

平台 **GFAAS** 法

准确称取钢样 1#0.100g、2#0.100g、3#0.200g、4#0.200g、5#0.200g 分别放入 100mL 的三角烧瓶中，加 10mL 王水低温加热。蒸至快干，加 5mL HNO_3（1 + 1），过滤，洗涤残渣，其滤液和洗液都收集于 100mL 容量瓶中，用水稀至刻度，分别取 1#、2# 5mL，3#、4#、5# 10mL 分别置于 50.0mL 容量瓶中，用

水稀至刻度，摇匀待测。

标准曲线溶液：取 5 只 50.0mL 容量瓶，分别加入 Fe 基体 10mL（50mg/mL）Cd 标准溶液（0.025μg/mL）1.0mL、2.0mL、3.0mL、4.0mL 用水稀至刻度。待测，用以绘制工作曲线。

合金钢（Co、Ni）

微波消解—分光光度法[8]

常规消解样品处理方法：称取 0.100g 钢样于 150mL 烧杯中，加 15mL 王水于电炉上低温加热溶解，待液体将蒸尽，取下稍冷，加 20mL 去离子水溶解盐类，将其移至 100mL 容量瓶内，定容，摇匀。

微波消解样品处理方法：称取 0.1000g 钢样，放入消解罐中，加 5mL 王水，拧紧消解罐盖，将其放入微波炉中，按程序设置消解参数进行消解，消解结束后，待消解罐冷却后取出，将罐内溶液移入 100mL 容量瓶内，定容，摇匀。

微波消解条件及消解程序

酸种类和用量：由于浓 H_2SO_4 易使 Fe 钝化，因此选用 HCl（1 + 1），HCl（1 + 2），HCl + HF 混合酸和王水几种酸体系进行考察。由于 HF 腐蚀性较强，故尽量不用或少用。本法选用王水、用量为 5mL。

微波消解压力和时间：对微波消解压力和时间进行考察发现，压力大低，时间太短，样品消解不完全。为避免溶样时反应剧烈，压力瞬时过高，采用分段升压，压力控制在 0.5 ~ 0.8Mpa 之间，恒压 6min，微波功率为 510W 最为适宜，此时消解时间最短。最佳消解程序见表 7 - 1。

表 7 - 1　微波消解程序（压力：Mpa，时间：min）

钢样	微波程序										消解时间
	第一步		第二步		第三步		第四步		第五步		
	压力	时间	压力	时间	压力	时间	压力	时间	压力	时间	
B48	0.4	6	0.5	6	0.6	6	0.7	6	0.8	6	30
B50	0.4	6	0.5	6	0.6	6	0.7	6	0.8	6	30
GBW	0.4	6	0.5	6	0.6	6	0.7	6	0.8	6	30

铸铁（Co）

FAAS 法[33]

称取样品 1.000g 置于 250mL 烧杯中，盖上表皿，加入 15mL HCl 及 5mL HNO_3，先不加热，待大部分铁溶解后，再微热至铁全溶，蒸干并驱尽 HNO_3 烟、冷却，加 10mL HCl 微热使盐类全部溶解，加水稀释至 50mL 左右，冷却，移入 100.0mL 容量瓶中，加水稀释至刻度。用干滤纸过滤到烧杯中，待测。

若 Fe 溶解不完全，可将溶液蒸至 5mL 左右，冷却，补加一些 HCl 和 HNO_3 再微热溶解。

硅铁合金（Cr、Ca）

FAAS 法

称取通过 100 目筛烘干的硅铁合金样 0.100g 于 100mL 聚四氟乙烯坩埚中，加入 5mLHCl，滴加 3mL HF，于电热板上加热溶解，再加入 5mL $HClO_4$，继续蒸发至干，取下冷却，加入 10mL HCl 温热溶解盐类，移入 100mL 容量瓶，用水稀至刻度。分取 25.0mL 样品溶液于 100mL 容量瓶中，加 2.5mL 抗坏血酸和 2.5mL 氯化锶溶液，用 1% HCl 溶液定容，用来测钙。在剩余的样品溶液中直接测定铬。同时做空白试验①。

注：①用 HNO_3、H_2SO_4、H_3PO_4 溶样会使 Ca 结果偏低，H_3PO_4 使 Cr 结果偏低，加入抗坏血酸和氯化

锶可消除干扰。

钢铁（Cr）

FAAS 法[62]

称取试样 1.000g 于 150 mL 烧杯中，加入 20 mL HCl（1 + 1），加热溶解，取下冷却，滴加数滴 H_2O_2，煮沸 4min 分解多余的 H_2O_2。冷却至室温后转移至 100.0mL 容量瓶中，加入 TritonX - 100（5%）5mL，10mL 氯化铵（10%），用水稀至刻度混匀备用，同时作空白实验。

金属铜及铜合金（Cr）

导数 **FAAS 法**[9]

准确称取 0.2 ~ 1.0g 金属铜和铜合金样品于 50mL 烧杯中，加入 2.5 ~ 3.5mL HNO_3，样品溶解后，转入 50.0mL 容量瓶中，加入 1% 4mL SDS（十二烷基硫酸钠）作为增感剂，用水定容至 50.0mL。混匀待测。

钛合金（Cu、Mn）

FAAS 法[10]

准确称取 0.2g 样品于 150mL 聚四氟乙烯烧杯中，加入 20mL HCl（1 + 1）5mL 氟硼酸，恒温水浴加热①至试样完全溶解，滴加 HNO_3 至溶液紫色消失，冷却后，定容至 50.0mL 塑料容量瓶中，摇匀，待测。

注：①水温不得超过 70℃

高温镍基合金（Fe）

平台 **GFAAS 法**[11]

称取 0.0500g 样品，置于聚四氟乙烯烧杯中。加入 5mL 王水，加盖，浸泡 1 ~ 2h 后，至沸水浴上加热溶解（约 3 ~ 5min），如溶液混浊，则滴加数滴 HF，继续加热，待样品完全溶解，溶液透明后，将聚四氟乙烯烧杯移至电热板上低温加热赶酸，直至近干，冷却。以 0.2 mL HNO_3 和 1mL H_2O_2 加热溶解残渣，然后移入 5.0mL 容量瓶中，用水稀至刻度，摇匀待测。

硅钙合金（Fe、Al、Mn）

ICP—AES 法[12]

准确称取 0.2g 试样置于 200mL 聚四氟乙烯烧杯中．用少量水润湿后，加 5mL HF，滴加 10mL HNO_3，加 5mL　HCl 加热溶解后，加 5mL $HClO_4$，冒烟至近干，稍冷，加 10mL　HCl（1 + 1）①和少量水溶解盐类，冷却后移入 100mL 容量瓶中，加 10.0mL 标液，稀至刻度，摇匀。

注：①酸度以 5% HCl 为好。

金属镨（La、Ce、Nd、Sm、Dy、Al、Ca、Ti、Ta、Cr）

ICP - AES 法[43]

称取 0.100g 金属镨（氧化镨经过灼烧后，称取 0.1208g）于 50mL 烧杯中，加 5mL　HCl（1 + 1），在石墨电炉上低温加热溶解后，取下冷却，将试样溶液转移至 100mL 容量瓶中，用 5%　HCl（V/V）定容，混匀后用 ICP - AES 法进行分析。

铝合金（La、Ce、Pr、Nd、Sm）

ICP－AES 法[13]

称取 1.000g 样品于 200mL 烧杯中，吹水少许，加入 10mL HCl，10mL HNO_3 加热分解。定容至 100mL 容量瓶中，摇匀待测。

铝合金（高含量 Si）

微波消解—**ICP—AES** 法[21]

准确称取 50mg 试样，置于微波消解内罐中，加入约 0.5g 氢氧化钠①，加入 3mL 水，待剧烈反应结束并出现黑色颗粒状物后，盖上罐盖，置于微波消解炉中，在高温，压力 3 档（1.52Mpa）条件下，加热 3min，取出稍冷，逐滴加入 2～3mL HNO_3，待剧烈反应后，若溶液不清，则再盖上罐盖，同上条件加热 2min，取出冷却，以水冲洗并定容至 100mL。吸取上述溶液 5.0mL，以水稀释至 50.0mL，供 ICP—AES 测定。

注：①铝合金中高含量的硅除能溶于氢氟酸外，不溶于任何酸。本文利用微波消解这一手段，促使硅能与 NaOH 在短时间内反应完全，实验表明，结果较为满意。

铝合金（Si）

微波消解 **ICP－AES** 法[22]

铝合金中高含量的硅只溶于 HF。本方法利用微波消解，促使 Si 与 NaOH 在短时间内反应完全。①②③④

注：①称取量，因微波内罐体积较小，故称样量在 0.1g 以下。本文称取 0.050g。

②NaOH 用量：NaOH 加入太少不能使 Si 与 NaOH 反应完全，NaOH 过多，则微波消解内罐不允许，且大量的碱加入，增加了样品中的盐份，从而在测定时加大了分析的基本效应。故 NaOH 选用 0.5g。

③HNO_3 用量：HNO_3 加入量不超过 3mL，若加入 HNO_3 过一段时间后仍含有不溶物质，则可盖上罐盖，与开始时同样条件，继续加热 2min，即可使溶液完全溶解。

④消解完毕后，取出冷却后用水冲洗罐壁和罐盖，倒入 100mL 烧杯中，定容，并尽快测定。如须将溶液保存较长的时间，必须将溶液转移至塑料瓶中保存。

铝锂合金（Li、Cu、Mg、Mn）

ICP－AES 法[14]

称取试样 0.100g 于 100mL 两用瓶中，加 100mL 水，20mL HCl（1＋1），低温溶解，滴加 30% H_2O_2，待试样溶解后，煮沸分解过量的 H_2O_2，冷却用水稀至刻度，摇匀。①②

合金钢（Nb）

FAAS 法[15]

称取 2.000g 样品，加 30mL HCl－HNO_3 混合液，加热，再加 15mL $HClO_4$，加热冒白烟至近干。加 14mL HCl，100mL 水，50mL Na_2SO_4 溶液，10mL 鞣酸，加热 10min，趁热过滤，沉淀用 1.2mol/L HCl 洗涤，将沉淀连同滤纸转移至烧杯中①，加 20mL HNO_3，待棕色烟雾较少时，加入 6mL $HClO_4$，加热到冒白烟至杯口。取下。加 10mL HCl，10 滴 HF 冷至室温，加 2.5mL $AlCl_3$ 溶液②，移至 25.0mL 容量瓶中，稀释至刻度，摇匀待测③。

注：①样品处理需保持沉淀不损失，否则将影响准确度。

②$AlCl_3$ 为增感剂。

③标准系列溶液中的 $AlCl_3$ 量要与试样中加入的 $AlCl_3$ 量相同。

不锈钢（Ni）

分光光度法[67]

准确称取 10mg 不锈钢样品于 50mL 钢铁两用瓶中①，加 0.5mL HCl 和 0.5mL H_2O_2溶解样品，样品溶毕后加 5mL 水煮沸以除去残余 H_2O_2，取下，趁热加 20mL 碘混合液②。混合均匀后再加 10mL 丁二酮肟溶液③，摇匀，以水定容，混匀以吸光度为 0.5A 的滤光片作参比，用 0.5cm 比色皿，在波长 530nm 处测定吸光度。

注：①测定 11% ~ 22% 的 Ni 时用 100mL 钢铁容量瓶。

②碘混合液：碘液与柠檬酸三铵溶液（50g/L）等体积混匀（用时现配制）。其中碘液是将 5g 碘、10g 碘化钾溶于少量水后，再用水稀至 1L。

③丁二酮肟溶液：将 2g 丁二酮肟溶于 400mL 氨水中，加 600mL 水混匀。

铅锑合金（Pb）

FAAS 法[17]

称取 0.200 ~ 0.500g 试样置于 200mL 烧杯中，加入 HNO_3（1 + 4）50mL，酒石酸 4g，低温加热至试样完全溶解。驱除氮的氧化物，取下冷却，将溶液移入 200mL 容量瓶中，用水稀至刻度，摇匀，待测。①②

注：①经试验，待测液中 10%（体积分数）以下的 HCl、HNO_3、王水对测定无影响，当 H_2SO_4 浓度（体积分数）为 5%时，会有干扰。

②大量锑在酒石酸存在下不会发生水解，也不干扰测定，其这元素含量较少（均在 0.100mg/mL 以下）不会影响测定。

钛基合金（Pd）

萃取分光光度法[18]

称取 0.500g 钛合金（含 Pd 0.1 ~ 0.8%），置于 100mL 聚四氟乙烯烧杯中，加 30mL HCl（6mol/L）或 0.4mol/L　H_2SO_4 和 1.0mL 氟硼酸。加盖后，渐渐温热，直至反应停止。逐滴加入 HNO_3 约 10 ~ 20 滴，并温热至钛氧化，溶液澄清，溶液颜色从紫变黄或在过量 Pd 存在下变成红棕色。把溶液转移至 100mL 容量瓶中，稀释至刻度，保持 2.5mol/L　HCl 酸酸度。

分取上述试样溶液（含 Pd 5 – 50μg）至 125mL 分液漏斗中，加 1.0mL 0.01M EDTA 和加 3.0mL 0.1M NaOH 以中和过量的酸，此时不能用氨溶液代替氢氧化钠，否则会影响 Pd 络合物的形成。混合物中加 7.0mL pH 7.6 缓冲溶液①、2mL 0.001M PAR②和 2.0mL 0.01M XMH③。最后加 10.0mL 氯仿，振荡 1min，待相清晰分层后转移微粉红色的有机相至 1cm 池中，以氯仿空白作参比，在 520nm 处测定吸光度。

注：①缓冲溶液 pH = 7.6，85.5mL 1/15M 磷酸氢钠与 11.5mL 1/15M 磷酸氢钾混合。

②PAR：帕酚［4 – （2 吡啶基偶氮）间苯二酚］0.01M。

③XMH：盐酸丁苄唑啉 0.01M。

合金（Re）

分光光度法[19]

W – Re 及 Mo – Re 合金用金属 W、Mo 及适量纯 Re 粉经研磨、混匀配制含 5%、20%、50%的合金。称取合成试样 0.100g 置于石墨坩埚中，加约 6g NaOH，低温熔化后，继之高温熔融，用约 80mL

50% NaOH 浸取熔融物，置电炉上微沸 10min 左右破坏氧化剂，冷后，定容于 100mL 容量瓶中，依据 Re 的含量，分取适量（5%取 5mL，20%取 2mL，5%取 1mL）上清液置于 25.0mL 容量瓶中，补加 50% NaOH 至体积为 20mL，加 2mL 1%盐酸羟胺，摇匀，置于水浴上加热 15min，流水冷却后以水定容。于波长 300nm 处，用 1cm 石英皿，测量吸光度。

锌合金（Sb）

分光光度法

准确称取 0.1～0.2g 试样置于 125mL 锥形烧杯中，加入 5mL 2%酒石酸，10mL HNO_3（1+3），低温加热至溶解完全，冷却，移入 100mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。

分取 5.0mL 试液于 25.0mL 容量瓶中，加入 5mL 10% 抗坏血酸溶液①，0.5mL 2.5% 氟化钾溶液、2 滴 0.04% 2，4－二硝基酚指示剂，用氨水（1+1）中和至恰呈黄色，以下同实验方法。以加有同量抗坏血酸及氟化钾溶液的试剂空白为参比，用 1 或 2cm 比色皿于 470nm 波长处测量吸光度，从校正曲线上查出锑量并计算百分含量。

注：①抗坏血酸：10%（用时现配）。

析出铅（Sb）

FAAS 法[70]

按筛分比例称取 5.000g 的试样，置于 200mL 烧杯中，（随同试样作空白试验），加入 HNO_3（1+3）50～60mL，10mL 酒石酸溶液，低温溶解完全，取下冷却至室温，移入 100mL 容量瓶中，加入 10mL 王水，用水稀释至刻度，混匀，在仪器工作条件下测定。工作曲线绘制移取 0，0.4，0.8，1.2μg/mL 锑标准溶液于一组 100mL 容量瓶中，加 10mL 王水，10mL 酒石酸溶液，5mL（1+3）HNO_3，用水稀释至刻度，混匀，与试样相同条件测定。

铜基合金（Se、Te）

萃取－**FAAS** 法[20]

痕量级的硒和碲（<0.001%）测定的取样量为 2.0g。较高含量的硒和碲的试样应少取试样。将适当的试样量溶解于 25mL 的 HNO_3（1+1）中。溶解完毕后，试样溶液蒸发至近干并冷却。测定硒时大约加入 7g 羟胺和 75mL（1+1）HCl，然后在中温下把试样溶液煮沸 15min，再冷却。测定碲时，加入 10g 抗坏血酸，在室温下静置 2h，偶而搅拌一下（最好 10min 一次），然而用 200mL 蒸馏水稀释试液，并搅拌溶解过量抗坏血酸，用 Millpore 抽滤装置和 GA－8－0.20μm 微孔板过滤溶液。然后用水洗涤硒和碲，并转移至原来烧杯，用 HNO_3 溶解。试样溶液慢慢蒸发至近干，冷却。加入近 20mL HCl（1+3）溶解盐类，然后加入 4.5g 碘化钾，把溶液转移至 100mL 容量瓶。该容量瓶在 50.0mL 处作一标记。把体积调至 50mL 处加入 10.0mL 5% TOPO－MIBK 试剂振荡萃取 1min，加入去离子水来提高 TOPO－MIBK 在容量瓶中的高度。校准溶液由工作溶液（25μg/mL）配制而成，萃取方法同上述，从工作溶液中萃取 0.00、25.0、50.0、75.0 和 100.0mg 的硒和碲．

将 TOPO－MIBK 有机溶液直接喷入火焰，将仪器调至最佳状态后读取吸光度．测定试液中硒和碲的浓度。

碲铜合金（Te）

FAAS 法[23]

称取 5.000g 试样于 500mL 烧杯中，加入 35mL HNO_3，10mL HCl，加热使试样完全溶解，用水稀释体积

约 300mL. 加入 80mg 铁溶液，加入 NH_4Cl 5g，加入 $NH_3 \cdot H_2O$ 使溶液呈现深蓝色，煮沸取下，于 60 ~ 70℃ 放置 30min。用滤纸过滤，烧杯及沉淀用热洗涤液洗至无蓝色①，弃去，用水将沉淀洗入原杯中，用 10mL 6mol/L 热 HCl 淋洗滤纸，再用 0.12mol/L　HCl 洗至无色，洗液并入原杯中。加热蒸发溶液至近干，加入 2mL　6mol/L　HCl 加热溶解，冷却，移入 50.0mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀，待测。

注：①洗涤液于 500mL 水中加入 15g NH_4Cl，10mL　$NH_3 \cdot H_2O$ 混匀。

铝合金（Ti、V、Si、Fe、Mg、Zr、Mn）

FAAS 法[24]

称取 0.500g 样品，于 250mL 烧杯中，加入 10mL HCl（1 + 1），待反应停止后，加入 10mL HNO_3，于低温电炉上加热，待溶解完全后，取下冷却，移入 500mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，测定 Si、Fe、Mg。再分取 10.0mL 稀至 100mL 测定主要成分 Ti、V、Zr、Mn。

铅合金（Ti、Zn、V、Mn、Si、Fe、Mg）

ICP – 直读光谱法[25]

称取 0.500g 样品，于 250 mL 烧杯中，加入 10 mL HCl（1 + 1），待反应停止后，加入 10 mL HNO_3，于低温电炉上加热，待溶解完全后，取下冷却，移入 500 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，测定 Si、Fe、Mg。再分取 10.0 mL 稀释至 100mL 测定主要成分 Ti、V、Mn、Zn、

铝合金（Zn、Mn、Cu、Pb、Fe、Ti、Mg）

ICP – AES 法[27]

称取 0.500g　Al 屑置于 100mL 烧杯中，逐滴加入 10mL 混酸（HNO_3 + HCl = 1 + 3），待剧烈反应后，置于电炉上加热消解 10min，冷却后定容于 50.0mL 容量瓶中，摇匀待测。

高温合金、单晶合金（Zr）

ICP – AES 法[28]

称取高温合金（或单晶合金）样品 0.200g，置于 100mL 烧杯中，加入 20mL HCl 和 2mL HNO_3，低温加热溶解。稍冷，加入柠檬酸、草酸各 1.0g，加热溶解，冷却后移入 50.0mL 容量瓶，定容，摇匀，酸度控制在 30%（V/V）HCl。

金属镁（Mn）

消化动力光度法

根据试样中含锰量，按表 7 – 2 称样。

表 7 – 2　称样量

锰含量 w（%）	试样量（m/g）	试液总体积（V/mL）	盐酸（1 + 1）（V/mL）
0.0005 ~ 0.002	0.2500	250	5.0
0.002 ~ 0.01	0.1000	500	2.0

将试样放于 250ml 烧杯中，按表 7 – 2 加入 HCl 加热溶解完全，蒸至湿盐状，加水溶解后，移入容量瓶中，用水稀至刻度，摇匀。

移取上述溶液 5.00ml 于 25.0ml 容量瓶中，加乙酸 – 乙酸钠缓冲溶液①4.0ml，氨三乙酸溶液②2.0ml，次甲基蓝（MB）溶液③3.0ml，高碘酸钾溶液④2.0ml，用水稀至刻度，摇匀。放入沸水浴中，加热 25min

后取出，流水冷却 10min。在可见分光光度计上于 λ = 660nm 处，用 1cm 比色皿，以水作参比测定吸光度。

注：①乙酸 - 乙酸钠缓冲溶液：pH 4.5，称取结晶乙酸钠 32g 溶于水中，加入冰乙酸 23.5mL，用水稀至 500mL，混匀。

②氨三乙酸溶液：4×10^{-3}mol/L

③次甲基蓝（MB）溶液：2×10^{-4}mol/L

④高碘酸钾溶液：1×10^{-2}mol/L

金属铅（As）

HG - AAS 法[30]

称取金属铅 0.0500 - 0.100g 于 50mL 烧杯中，加 10mL HNO_3（1 + 1），在电炉上低温溶解。加 2mL HCl，继加 5mL H_2SO_4（1 + 1），加热至冒三氧化硫白烟 2min，取下，冷却后以水冲洗表皿及杯壁，加热煮沸，取下，冷却后以水移入 50.0mL 容量瓶中，加 5mL 3% 硫脲 - 抗坏血酸溶液，以水稀至刻度，摇匀。过滤或取上层清液与工作标准液一起用氢化物发生 - 原子吸收测定，同时带空白试验。

精锡（As）

催化示波极谱法[31]

称取锡屑 0.100 ~ 1.000g 于 100mL 烧杯中，加入 8mL HCl，置于冷水浴中，立即加入 1 ~ 3mL H_2O_2，摇动至试样激烈分解停止后，继续滴加并保持试液中有过量的 H_2O_2，置于电炉上继续分解完全排除氯气和过量的 H_2O_2。取下，加入 8mL HCl（1 + 1），冷却。加入 2.0mL 20% 碘化钾溶液，摇匀，加入 2.0mL 4% 二氯化锡溶液，摇匀，放置 10min，上柱（巯基棉柱先用 HCl（1 + 2）润湿），控制流速 20 ~ 30 滴/min，烧杯用 HCl（1 + 2）洗涤 2 次洗涤液过柱。漏斗用 HCl（1 + 2）洗涤 2 次。用水洗涤烧杯及漏斗各 2 次。洗液均过柱。将富集砷后的巯基棉用玻璃棒捅入原烧杯中，加入 4.5mL H_2SO_4，2mL H_2O_2 低温消化、逐渐升温至刚冒 SO_3 白烟，取下冷却至室温，吹入 5 ~ 6mL 水，摇匀冷却，加入 2.5mL H_3PO_4（1 + 1），1.0mL 碲溶液，2.5mL 200g/L 碘化钾溶液，每加一种试剂都应摇匀。将试液移入 25.0mL 容量瓶中，用水吹洗烧杯后定容。混匀，放置 15min。取部份溶液于电解杯中于示波极谱仪上，在起始电位 - 0.5V 进行扫描，读取一阶导数峰电流。

黄金（Cu、Fe、Ni、Cd）

FAAS 法[35]

称取 0.1 ~ 0.5g 样品于 150mL 烧杯中，加稀王水（1 + 3）10mL，加热溶解，加 H_2SO_4（1 + 1）6mL，蒸发冒白烟。加盐酸羟胺 0.3g，再冒白烟，重复操作一次，至海绵金全部析出。煮沸溶液至无色（如仍有黄色，则补加少许盐酸羟胺），蒸发除去大部分 H_2SO_4（使海绵金保持湿状），冷却，用水吹洗杯壁，煮沸使盐类溶解。溶液过滤于 100mL 容量瓶内，用水洗杯壁和沉淀 5 次，滤液收集约 60mL，加 3% HCl 1mL 沉淀银，用水定容，摇匀。干过滤，取滤液 20.0mL 于 25mL 比色管中，加 HCl（1 + 1）2mL，用水稀至刻度，摇匀。按给定的仪器工作条件分别进行铜、铁、镍、镉的测定。

标准系列的制备：分别吸取铜、铁、镍、镉的标准溶液 0、0.5、1.0、2.0、4.0mL 置于 5 个 25mL 比色管中，加 H_2SO_4（1 + 1）1mL，HCl（1 + 1）2mL，用水定容，摇匀。与试样一起进行 FAAS 法测定。

高纯氧化钇（Cu、Mn）

GFAAS 法[36]

采用含有与样品相同浓度的基体，配制一套标准系列溶液，按上述仪器工作条件进行测定，绘制工作

曲线，或采用标准加入法进行分析。

准确称取 50mg 样品于 50mL 烧杯中，加入 2mL　H_2O、0.5mL HNO_3（1 + 1），加热溶解，溶解后将样品转移至 10.0mL 容量瓶中，用水稀至刻度。取 20μL 溶液注入石墨管中进行原子吸收测定。①

注：①必须用 HNO_3 溶样，因为 HCl 对 Mn 有严重干扰。

金属锶（Cu、Fe、Mg、Ca、Ba）

FAAS 法[37]

快速称取 5.000g 金属锶样品（必要时可在氩气保护下称量），置于 250mL 烧杯中，盖上表皿，徐徐加入 30mL　HCl（1 + 1），待样品完全溶解后，转入 100mL 容量瓶中，用水稀至刻度，混匀。

分取上述溶液 20.0mL 于 100mL 容量瓶中用水稀释至刻度，混匀。待测。测 Ca、Mg 时可适当将燃烧器转一定角度。

纯银（Cu、Fe、Pb、Bi）

FAAS 法[38]

用活性炭吸附分离 – FAAS 法测定纯 Ag 中 Cu、Fe、Pb、Bi。

活性炭的处理：因市售活性炭空白值较高，故将活性炭经 5% 氟化氢铵溶液浸泡 24h，用去离子水洗至中性，再用 HNO_3 浸泡 24h，用 HNO_3（1 + 1）淋洗活性炭数次后，再用水洗至中性，置烘箱中于 100℃ 烘干，备用。

准确称取 0.5g 样品于烧杯中，加入 10mL HNO_3（1 + 1）置电炉上加热溶解，待样品溶解后蒸至近干，加入 50mL 水溶解盐类，用氨水调 pH9，加入 0.1%　二甲酚橙 1mL①，活性炭 100mg，搅拌 10min，过滤，收集滤液用于回收 Ag，用 30mL HNO_3（1 + 1）淋洗活性炭于 50.0mL 容量瓶中，用水稀至刻度，摇匀以 FAAS 进行测定。

注：①用二甲酚橙作为有机络合剂，活性炭在一定酸度下可有效地吸附这些金属离子的有机络合物。

硅粉（Fe、V、Cu、Mn、Al、Sb）

ICP – AES 法[39]

称取 1.000g 硅粉样品置于铂坩埚中，加入 15mL　MOS 级 HF，然后逐滴加入 MOS 级 HNO_3 级共计 5mL，当大部分硅粉反应后，盖上铂盖，加热回流 0.5h. 在低温电热板上缓慢挥发，蒸至近干，加入 5mL HNO_3、0.5g 高纯硼酸，加热溶解，冷却，转移至 100mL 容量瓶中，定容①（注意：由于反应激烈，HNO_3 要慢慢滴加，否则硅粉容易溅出）。

注：①在处理样品时，要罩上有机玻璃操作箱，以尽量减少空白值。

纯锆（Cd）

ICP – AES 法[32]

准确称取 1g 金属锆，置于聚四氟乙烯烧杯中。逐滴加入 HF 溶解试样，然后加入几滴浓 HNO_3 使溶液澄清。再加入 5mL 饱和硼酸络合过量的氟离子。把样品溶液移入分液漏斗，加入 1mL APDC 溶液，调节 pH 至 2.5，加入 5mL MIBK 振摇萃取 2min。弃去水层，加 0.5mL　HNO_3 于 MIBK 中，振摇 1min。加入 2.5mL 水再次振摇反萃取。所得的水层用于 ICP – AES 和 AAS 测定 Cd。

高纯铝丝（Fe、Cu、Zn、Mn、Mg）

FAAS 法[40]

将铝丝切成 1mm 左右的小段，用 HCl（1 + 1）浸泡 1h，用去离子水冲洗干净，再用无水乙醇浸洗一

次，置于烘箱中在80℃烘2h，取出，置于干燥器中备用。称取0.500g试样于200mL聚四氟乙烯烧杯中，加入（1+1）HCl 30mL，滴加一滴汞，缓慢加热至试样完全溶解，并浓缩至10mL左右，取下冷却，移入50.0mL容量瓶中，定容。用于铁、铜、锌、猛的测定。吸取5.0mL上述溶液至于25.0mL容量瓶中，加入（1+1）HCl 5mL，加入2.5mL锶盐溶液①，用去离子水定容，用于镁的测定。

注：①氯化锶溶液（50mg/L）：称取30.4g六水氯化锶溶于200mL水中。

铁粉（Co、Cr、Mn、Ni、Zn）

FAAS法[34]

称取0.200g在110℃下烘干的铁粉于一系列150mL烧杯中，用少量水润温，加15mL HCl，盖上表面皿，在电热板上低温溶解30min，取下，加5mL HNO_3后摇匀，继续加热至溶解完全，并蒸发至近干，取下，再加5mL HCl，再次蒸发近干，赶尽HNO_3，加15mL HCl（1+1），使盐类溶解后，取下冷却，转入200mL容量瓶里，用蒸馏水稀释至刻度，摇匀，依次上机喷雾分析Co、Cr、Mn、Ni、Zn的含量。

精锑（Fe）

差示分光光度法

称取0.400g试样于100mL烧杯中加混酸5mL，（$HNO_3+HClO_4=1+4$）微热溶解清亮后，煮30s驱除氮氧化物，加入5mL酒石酸钾钠溶液（25%），取下冷却至室温，用氨水（1+1）调整溶液pH在7~8之间，移入50.0mL容量瓶中，用水定容。移取上述溶液5.00mL于50.0mL容量瓶中，加10mL缓冲溶液（冰醋酸和氨水等体积混合），再加2mL盐酸羟胺溶液（10%）和2mL邻菲啰啉溶液［0.25%，用乙醇（1+1）溶解定容］混匀，水浴中加热8min，取下冷却至室温，用水定容。用3cm比色皿，于510nm波长测定吸光度。

低级铌铁（Nb）

分光光度法

称取0.0500-0.100g试样于250ml，烧杯中，加入5mL HNO_3（1+1）1mL HF，在电炉上加热2min，滴入10滴浓H_2SO_4，继续加热至冒白烟，待试液蒸至1ml左右取下。加入20mL 2mol/L的酒石酸溶液，20mL HCl（1+1），转入200mL容量瓶中，以水定容。移取该溶液1~2mL于50.0mL容量瓶中，用0.4mol/L的酒石酸溶液补至6mL，依次分别加2mL $AlCl_3$溶液①，20mL HCl（1+1），5mL丙酮，3mL氯代磺酚C溶液②，以水定容，在沸水浴上加热1min取下，以流水冷却至室温，用3cm比色皿，以试剂空白为参比，于波长650nm处测量其吸光度，在标准曲线③上查得相应的铌含量，用公式计算出试样中铌含量④。

注：①$AlCl_3$溶液：10g/L，消除残余HF的干扰；

②氯化磺酚C溶液：0.5g/L水溶液；

③铌标液：用高纯Nb_2O_5配制成含铌0.200g/L的0.6mol/L酒石酸储备液，用0.4mmol/L的酒石酸稀释成含铌10.00mg/L的工作液；

④用本方法测定了唐山钢铁厂和包头钢铁厂的4个低级铌铁管理样。

炼锑（Hg）

FAAS法[42]

称取0.500g试样，加入5.0mL HCl，2mL HNO_3，于水浴上分解完全并蒸发至2-3mL①，加入5.0mL酒石酸（100g/L），加热溶解后冷却，移入50.0mL容量瓶稀至40mL左右，再加2.0mL EDTA（100g/L），以水稀至刻度，摇匀。待测。

注：①分解样品宜在水浴上进行，防止汞损失。

铸铁（Mg）

FAAS 法[44]

在含 Fe 0.5%溶液中配制 Mg 含量为 0～0.1%的标准系列溶液。其中加入 Sr 溶液（20mg/mL），用水稀至 100mL，用火焰原子吸收法测定①。

称取 0.50g 样品置于 200mL 烧杯中，盖上表皿，加入 20mL HCl（1＋1）加热分解，加入 10mL $HClO_4$，继续加热至冒白烟，取下冷却。加入 20mL 温水溶解盐类，用滤纸过滤到 100mL 容量瓶中，用 HCl（2＋100）洗涤滤纸直到 $FeCl_3$ 的黄色消失为止，然后用温水洗 3～4 次，冷却到室温，加入 10mL Sr 溶液（20mg/mL）用水稀至刻度，弃去残渣②，将空白，标准溶液及试样溶液喷入空气－乙炔或 $N_2O-C_2H_2$ 火焰中进行 AAS 测定。

注：①如果用 $N_2O-C_2H_2$ 火焰可不加 Sr 溶液。

②残渣中含 Mg 很低，可忽略不计。

铝黄铜（Ni）

FAAS 法[45]

称取 0.100g 样品，加入 5mL 6mol/L HCl 及适量的 H_2O_2 溶解试样，加热煮沸使 H_2O_2 分解完全。冷却，移入 100mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀，待测。

金属钛（Pb、Zn）

离子交换－AAS 法[46]

准确称取 1～2g 试样置于聚乙烯杯中，加入 30～60mL 水，滴加 3～5mL　HF 使试样完全溶解，用 30%和 5%　H_2O_2 氧化低价钛。

将 10mL　HF（1＋99）通过已用酸处理好并用水洗至中性的交换柱。将试样的 HF 溶液注入柱中，并调节系在交换柱上小聚乙烯管的高度，使溶液以 0.5～1mL/min 的流速通过交换柱。然后用 HF（1＋99）洗涤交换柱八次（每次 10mL），以除去残留于柱上的钛。用水洗涤树脂（每次 10mL）至流出液呈中性后再洗一次。用 5mol/L　HCl 以 1mL/min 的流速洗脱铅、锌，收集于 50.0mL 容量瓶中。用铂坩埚将全部溶液（或吸取 25mL）蒸发至近干。在 10.0mL 容量瓶中，配制成 3mol/L 的 HCl 溶液并定容为 10.0mL 进行原子吸收测定。用 3mol/L 的 HCl 溶液校正仪器零点。每批试样分析以同样手续做空白试验，根据标准曲线计算分析结果。

金属铜（Pb）

导数－FAAS 法[47]

准确称取 0.1～1.0g 金属铜样于 50mL 烧杯中，加入 2.0～3.0mL HNO_3，3.0～6.0mL HCl，样品溶解后，转入 100mL 容量瓶中，加入 4mL 10%的 SDS（十二烷基硫酸钠）作增感剂，用水定容，用导数火焰原子吸收法测定。本法适用于含铅量低于 0.002%的金属铜样。

铅（Sb）

FAAS 法[48]

按筛分比例称取 5.000g 的试样，置于 200mL 烧杯中，（随同试样作空白试验），加入 HNO_3（1＋3）50～60mL，10mL 酒石酸溶液，低温溶解完全，取下冷却至室温，移入 100mL 容量瓶中，加入 10mL 王水，

用水稀释至刻度，混匀，在仪器工作条件下测定。工作曲线绘制移取 0，0.4，0.8，1.2μg/mL 锑标准溶液于一组 100mL 容量瓶中，加 10mL 王水，10mL 酒石酸溶液，5mL（1+3）HNO_3，用水稀释刻度，混匀，与试样相同条件测定。利用工作曲线法计算结果。

纯铜、铜和金（Sb）

HG – 原子荧光光谱法[49]

称取 0.100g 纯铜于 50mL 烧杯中，加 35mL HNO_3（1+1），于低温电热板上加热溶解，蒸至近于，冷却，加少量水溶解，用 5% NaOH① 调至中性并过量 3mL，低温加热片刻，冷却，转入 25mL 比色管中，加 5% 硫脲②5mL、5% $NaBH_4$ 2.5mL、用水稀至刻度，摇匀与标准系列一齐测定。

注：①在碱性体系中测定 Sb 可以消除 Cu 的干扰。

②加入硫脲可消除干扰。

纯钴（Se、Te）

GFAAS 法[50]

称取 0.200g 样品于 50mL 聚四氟乙烯烧杯中，加 8mL HNO_3（1+1），加热至完全溶解，微沸驱除氮氧化物，冷却，移入 50.0mL 容量瓶中，稀释至刻度，摇匀备用①。

注：①采用标准加入法测定，Co 是测定 Se、Te 的很好的化学改进剂。

紫铜（Se）

离子交换分离 – **HG** – **AAS** 法[51]

取适量试样，加入 10mL HNO_3（1+1）加热分解，试样完全分解后低温浓缩至 2～3mL，冷却，用 NaOH 溶液中和至出沉淀，滴加 HNO_3（1+1）至沉淀刚好溶解，再滴加 HNO_3（1+1）过量 0.5mL，移入 50.0mL 容量瓶用水定容，摇匀。

分取 10mL 试液注入离子交换柱，用预先加 2.5mL HCl 的 25.0mL 容量瓶收集流出液，待试样溶液过柱后，用水洗涤，收集流出液到容量瓶刻度为止。摇匀。待测。

高纯锗（Si）

分光光度法[53]

将锗锭切成 1mm 厚的片状，先后用 NaOH 溶液和 HCl 煮沸数分钟，用水清洗后，再用热 HNO_3 浸泡 1min，用水冲净，烘干，研碎备用。

先将 Si 与 Ge 分离：称取 0.5g 样品于样品杯中，加 5mL HCl 和 1.5mL HNO_3，将杯放入自制的压力溶样装置的筛孔内，盖好密封塞，用塑料扳手将盖拧紧，并套上安全保护架，置于石墨保温炉内，逐渐升温至 150℃，保持 2h，冷至室温，将样品杯置于密闭蒸发器内，在 130℃下蒸发至干，再加 1mL HCl 处理一次将残留的 Ge 挥发除尽。

向样品杯中加 0.5mL 水、0.5mL 0.5mol/L H_2SO_4 和 0.05mL HF，放置 1h，加 4mL 4% 硼酸，放置 5min，将溶液转入聚乙烯试管中，稀释至 6mL，加 1mL 5% 钼酸铵，在 30℃水浴中放置 15min，加入 2mL 草酸、硫酸混合液、混匀后，再加 0.5mL 硫酸亚铁铵、用水稀释至 10mL，10min 后，以水为参比进行光度测量。用 2cm 比色皿，于波长 810nm 处测量吸光度。

硅铁（Si、Al、P、Mn、Ca）

X 荧光光谱法[54]

将硅铁样品经粉碎机粉碎 3～4min 后过筛（200 目），混匀后的试样装入铅盒中，用压力机压制试样，

压制（压力的 30t，55s）成型后，将试样取出置于标准试样盒中待测。

镁砂（Si、Ca、Fe、Al、Ti）

ICP – AES 法[55]

准确称取 0.5g（准确到 0.0002g）分析试样于铂金坩埚中，加 4g 混合溶剂①，搅拌均匀后，再覆盖 1g，盖上坩埚盖于 950 ~ 1000℃高温炉中熔融 20min，使熔融物呈澄清，透明的液体，稍冷，（勿使完全冷却），小心将坩埚连同盖放入预先加有 100mL 微沸 HCl（1 + 5）的 400mL 烧杯中，待激烈反应稍缓，继续加热至熔块完全溶解，溶液澄清透明，以水洗净坩埚及盖，将溶液移入 250mL 容量瓶中，加水稀释至刻度，摇匀备用②。

注：①混合熔剂：无水碳酸钠 + 硼酸 = 2 + 1，研细混匀贮存于磨口瓶中。

②此方法适用于镁砂（包括电熔镁，重烧镁，轻烧镁）中 SiO_2，Al_2O_3，CaO，FeO_3，TiO_2 及高含量镁等的测定。

锡和铜（Sn）

FAAS 法[56]

称取 3.000g 样品，加入 5mL HCl，5mL HNO_3，加热分解并驱赶酸后冷却，用水定容至 50.0mL，摇匀，待测。

钨粉、钨矿、钨精矿、钨合金（W）

ICP – AES 法[26]

将 250mg 样品与 3.5g 过氧化钠细粒混合一起，在煤气灯上缓慢搅拌、加热、到过氧化物变红，然后慢慢地升温，直到完全熔融。待坩埚冷却后，将它放入盛有 25mL　HCl 的 600mL 的烧杯中，加入几滴过氧化氢使钨酸残渣溶解，再加入 2mL H_3PO_4 稳定溶液。标准液的制备：先制备一个浓的储备液。称取 2g 光谱纯的钨粉，用过氧化氢溶解，然后加入 H_3PO_4 使溶液稳定，最后的体积为 500mL，工作的标准液系列逐个稀释而得，标准液在酸度和 NaCl 浓度方面应相近，以避免粘度的影响。内标元素 Sc 加入样品液和标准液中，其浓度为 50mg/L。用此法测定 W 含量在 90% 量级时，其准确度为 ±0.5。

砷化镓（Cr）

钨丝探针电解 – GFAAS 法[65]

将砷化镓样品置于聚四氟乙烯烧杯中，分别用 HNO_3（1 + 1）以及 HCl（1 + 1）加热煮沸，再用高纯水洗净，除去表面沾污物，置于干燥器中干燥。准确称取上述处理好的样品 1.000g，置于聚四氟乙烯坩埚中，加入 6mL HCl，2mL HNO_3，加盖，加热溶解至完全，蒸至近干，加入 2mL 高纯水，微热使盐类溶解后，再加入过硫酸铵 0.1g，2 滴硝酸银溶液（为使 Cr 氧化至高阶态 Cr），微热直至不再产生气泡，取下，冷却，移入 50.0mL 小烧杯，加入 20mL 水，以 NaOH 溶液（1mol/L）调节酸度后，移入 50.0mL 容量瓶定容，待测。

砷化镓（In）

平台 GFAAS 法[66]

沿 GaAs 单晶拉伸方向，在头、中、尾不同部位，切成 0.1mm 的片，用 NaOH 溶液清除切片上的有机沾染，并用水清洗至中性。再用混酸 $H_2SO_4 + H_2O_2 + H_2O$ =（3 + 1 + 1）腐蚀 2 ~ 3min，除去表面无机沾污，再用水冲洗至中性、晾干、压成碎片，备用。

称取 10～100mg 样品（视 In 含量而定），加入 2mL HNO_3（1＋1）完全溶解后，蒸至小体积，转移到 10.0mL 容量瓶内定容。含量高时，分取部分溶液稀释，并控制 HNO_3 含量改为 2%（V/V），随同试样进行空白试验，采用带有平台的石墨炉 Zeeman 校正背景进行测定。

贵金属冶金物料（Pd、Pt、Rh）

双波长分光光度法[71]

称取 0.100～1.000g 物料，用王水多次溶解，过滤，视试样中待测元素含量稀释定容至一定体积。根据定性试验取出适量溶液于 50mL 烧杯中，蒸干，加 10% $NaBrO_3$ 溶液 5 滴，以水吹洗杯壁，蒸干赶锇、钌，残渣加 2mL HCl（1＋1）蒸干二次，加 1mL HCl（1＋1）溶解残渣，用水洗移入 25mL 比色管中，稀释使溶液体积为 10 mL，加 5mL 8.4mol/L HCl，加二苯基二硫代乙二酰胺。溶液 0.8mL，混匀，放置 10～15min，加 8mL 氯仿萃取 1min，然后移入 60mL 分液漏斗中分相。有机相放入另一分液漏斗中，加 8.4 mol/L HCl 10mL，振荡 10～15s，有机相移入 10.0mL 干燥容量瓶中，用氯仿稀释至刻度，以试剂空白作参比，于 454mm 处测定钯的吸光度（A），萃取分离钯后的水相移入原 25mL 比色管中，加 $SnCl_2$ 溶液 1mL，二苯基二硫代乙二酰胺溶液 0.8mL，混匀后放入沸水溶中加热 6min。取出放入冷水中冷至室温，加 8mL 氯仿萃取 1min，然后移入分液漏斗中分相。有机相放入另一分液漏斗中，加 10mL 8.4mol/L HCl 振荡 10～15s，然后将有机相移入 10.0mL 干燥容量瓶中，用氯仿稀释至刻度，混匀（若以上萃取液混浊，可加入少许无水硫酸钠，混匀，则溶液清亮）。以试剂空白作参比，按双波长分光光度法条件分别测定铂、铑的吸光度差（△A）。

钢铁（Bi）

HG－AAS 法[57]

称取钢样 1g 于小烧杯中，加入混合酸 HCl + HNO_3 + H_2O = （3＋1＋1），加热溶解，蒸发至近干，稍冷，加 HCl（1＋1）10mL，再微热，冷后移入 50.0mL 容量瓶中，用去离子水稀至刻度，取此溶液 5.0mL 于另一 50.0mL 容量瓶中，加入盐酸羟胺 1.5mL，硫脲 2mL，酒石酸钾钠 2mL，用 1mol/L HCl 稀释至刻度，取 2mL 试样于氢化物发生器中，将吸满 KBH_4 溶液的滴管对准定位标记，塞入反应器的磨口中，通高纯氮气 1min 后，将 KBH_4 射入溶液，记录最大吸光度。

注：本法以盐酸羟胺，硫脲及酒石酸钾钠联合作掩蔽剂，效果较好。

钢铁（P）

分光光度法[59]

准备称取试样 50mg，置于 150mL 锥形瓶中，加入 HNO_3 10mL（2＋3），加热至试样溶解。加高锰酸钾 2～3 滴，继续煮沸 10min，取下加入酒石酸钾钠—钼酸铵混合①液 5mL，立即加入 NaF—$SnCl_2$② 混合液 40mL，再加入硫脲③50mL，摇匀，流水冷却，用 2cm 比色皿，在波长 650nm 处以水为参比。④

注：①酒石酸钾钠—钼酸铵混合液：20%钼酸铵与 20%的酒石酸钾钠溶液等体积混合。

②NaF—$SnCl_2$ 混合液：先配制 2.4% NaF 溶液，然后每 100mLNaF 溶液中加入 0.2g $SnCl_2$，溶液摇匀（现用现配）。

③硫脲溶液：1%（当日配制）。

④不加硫脲时必须马上测定，加入硫脲时，溶液的天兰色可保持 35min，结果准确。

钢铁（Cu、Cr、Ni、Mn、Si、P）

ICP—AES 法[58]

称取 0.250g 钢铁样品于 50.0mL 钢铁专用容量瓶中，加入预先配制好的 HCl + HNO_3 + H_2O 为 1＋1＋2

的酸溶液 10mL，待钢铁试样完全溶解后（若有少量不溶试样，可在电炉上小火加热使之完全溶解为止），然后加超纯水至容量瓶刻度，摇匀，静置，备用。

冶金标样（V）

间接 **FAAS** 法[63]

称取样品 0.200g，用小量 HCl 溶解，再加入 3mL$HClO_4$ 蒸至近干，加水 100mL，使 pH 值在 0.5 ~ 1.5 之间，在强酸性阳离子交换柱上交换柱高 40cm，直径 1.5cm，流速 4mL/min。小量水洗柱后，用含 1% H_2O_2 的 pH = 2.0 的水洗脱。将洗脱液加热蒸至近干，破坏 H_2O_2，加水溶液后调 pH = 2.0，并定容到 50.0mL，移取一定体积按分析方法进行测定。于 50.0mL 容量瓶中，加入 pH = 2.0 钒溶液 16mL，N—亚硝基苯胲铜的氯仿溶液 5.0mL①，振荡 1min，加入 4.0mL　NaAc—HCl 缓冲液②，再振荡 1min，静止分层后，毛细管插入上层水相喷雾，在原子吸收分光光度计上测定铜的吸收。

注：①N—亚硝基苯胲铜的氯仿溶液：0.5g $CuSO_4 \cdot 5H_2O$ 放入分液漏斗中，用水溶解，加入 10mL（1%）铜铁试剂水溶液，应为白色沉淀，加入 50mL　$CHCl_3$ 萃取，去水相用水洗 $CHCl_3$ 溶液 3 次。

②NaAc—HCl 缓冲液，pH = 3.8。

铁钷合金（Nd、Al、Si、Mn、Cr、Mg、Zr、Ca）

ICP—AES 法[16]

称取样品 1.000g 于 100mL 烧杯中，缓慢加入 10 mL　HNO_3（1 + 1），待剧烈反应后，低温加热溶解，冷却后，定容于 100mL 容量瓶中，摇均。分取此溶液 10.0mL 于 200mL 容量瓶中，加入钒①标准溶液（0.4mg/mL）5.00mL，补加 HNO_3　10mL，用水定容后，摇均，待测。

注：①钒为内标元素。

钢铁标样（V）

FAAS 法[60]

称取 1.000g 试样于 200mL 烧杯中，盖上表皿加 20mL HCl 及 5mL HNO_3，加热溶解，加 3mL HNO_3，加热至试样全溶，（称样量随钒含量不同而增减，溶解酸量并随样品量的增减而增减），冷却后加少量水，过滤于 50.0mL 容量瓶中分别用 1%热 HCl 和温水洗涤数次，当 V 含量在 1%以下吸试液 10.0mL，V 含量在 1%以上吸 5.0mL 于 25.0mL 容量瓶中，加 2.0%　Oxine① 2.5mL，15%　$TiCl_3$②　0.33mL 稀释后摇匀待测③。

注：①②Oxine 及 $TiCl_3$ 为增感剂。

③用氧屏蔽

钢铁（V）

GFAAS 法[61]

称取适量试样于 125mL 锥形瓶中，加入 18mL H_2SO_4（1 + 4）加热溶解，滴加 HNO_3 氧化，继续煮沸除去氮氧化物。冷却并移入 50.0mL 容量瓶中，以水定容，摇匀备用。

根据 V 的含量分取一定量试液，在基体改进剂 0.03mol/L　$Mg(NO_3)_2$ 存在下用石墨炉原子吸收法测定。

高速钢（V）

分光光度法[72]

称取0.100g高速钢试样于250mL锥形瓶中（同时称一份不含钒的试样作试剂空白），加1.5mL HCl + $HClO_4$ =（3+2）和2mL H_2O_2（30%）微热溶解大部分试样后，加8mL H_2SO_4（1+1），继续加热溶解试样，滴加 HNO_3 分解碳化物，加热使试液变清，再加1.5mL $HClO_4$（70%），加热冒烟至瓶内透亮，取下，稍冷，加入20~30mL，煮沸溶解盐类，取下，冷却至室温，移入100mL容量瓶中，以水稀释至刻度摇匀。

分取10.0mL试液2份置于2个25.0mL容量瓶中，分别按下述手续处理，显色，以少许水吹洗瓶口后，加1.0mL H_3PO_4（1+49）、2.0mL 3.6mol/L H_2SO_4，以水冲洗瓶口使总体积为10mL左右，加2.0mL 5.3%钼酸铵溶液，2.0mL 9.2%钨酸钠溶液，摇匀，加6mL 2.4%氟化钠溶液，以水稀至刻度，摇匀。放置5min后，用1cm比色皿于波长460nm处，以试剂空白为参比，测量显色液的吸光度。

碳素铬铁（P）

分光光度法[68]

称取碳素铬铁标准样品0.200g，于50.0ml镍坩埚（或瓷坩埚中），加过氧化钠2g，搅匀，再盖过氧化钠2g，电炉上熔融后放入马弗炉中700℃熔融10min，冷却后取出放入盛有200mL蒸馏水的烧杯中，浸出溶块，煮沸分解过氧化钠，补加 H_2SO_4（1+1）10mL，继续煮沸1min，冷却，稀至250mL容量瓶中。

吸取上述溶液10.0mL于200mL锥形瓶中，加钼酸铵-硝酸铋混合液①10mL，于沸水浴中加热30s，加抗坏血酸10mL，放置2min，在分光光度计上于波长690nm处，用3cm比色皿，以水为空白测吸光度。

注：①钼酸铵-硝酸铋混合液：在适量水中加 H_2SO_4 30mL，50g/L钼酸铵100mL，硝酸铋1g，稀至1L。

石油管材钢（Pb）

GFAAS法[69]

称取0.200g样品于100mL石英烧杯中，加入10mL HNO_3（1+2），在电炉上低温加热至试样全部溶解，并继续加热至溶液近沸，蒸发至5mL左右。冷却后，移入50.0mL容量瓶中，以水稀至刻度。

7.3 金属氧化物

高纯氧化锗（As）

HG-AAS法[36]

准确称取0.5g试样于25mL石英杯中，加入1mL HNO_3，10mL HCl，盖上石英皿，放在石墨电热板上加热分解，试样完全分解后，取下石英皿（聚四氟乙烯皿亦可），用带有出气口的大玻璃罩罩上电炉，控制温度（电热石墨板表皿温度为120℃）加热蒸至近干，取下玻璃罩，用吸管沿石英杯壁加入5mL HCl再次罩上罩子，加热蒸发溶液刚好干涸，取下冷却后，加入3mL HCl（1+1），1.5mL KI-抗坏血酸溶液，摇匀，加入10mL水摇匀，分取10mL溶液于氢化物发生器的反应杯中，按设定仪器条件测定。

氧化钴（Co、Fe、Ni、Mn、Cu）

ICP-AES法[76]

称取0.100g样品于250mL烧杯中，加入30mL HNO_3，10mL HCl，低温加热溶解试样至溶液冒大泡，加10mL $HClO_4$，继续加热冒白烟至溶液近干，冷却后加入20mL HCl、50mL H_2O_2 加热溶解盐类，冷却后移入

200mL 容量瓶中，用水稀至刻度摇匀。

准确吸出上述溶液 10.0mL 置于 50.0mL 容量瓶中，加入内标元素 Cd①，5mLHCl 用水稀至刻度摇匀备用。

注：①Cd 在 50.0mL 溶液中的浓度为 10μg/mL

氧化钴、硫酸钴、钴标样（高含量 Co）

FAAS 法[77]

准确称取 0.1～0.3g 样品置于烧杯中，加水溶解，转移至 200mL 容量瓶中，保持 0.12mol/L HCl 介质。

氧化钴：准确称取 0.1g 左右的样品于烧杯中，加入 40mL HCl 盖上表皿，低温加热溶解后蒸发至 2mL，取下冷却，转移至 200mL 容量瓶中，定容，摇匀备用。

其它含钴样品：根据试样中 Co 的含量，准确称取 0.1～1g 试样，用 HCl、HNO_3 等溶解样品，转移至适当容积容量瓶中（控制溶液中含 Co 在 50～500mg/mL 内），介质为 0.12mol/L　HCl①。

注：①用本方法测定 Co_2O_3 国家标样中 Co 的结果高达 70.63%与化学法相符。

高纯氧化钐（Cu、Pb）

GFAAS 法[78]

称取高纯氧化物 5.800g 置于烧杯中，加水润湿，加 20mL HNO_3，加热溶解后，转入 250mL 容量瓶中定容，吸取上述溶液 10.0mL 置于分液漏斗中，加 5mL 水，2mL 缓冲溶液（pH＝4），2mL APDC 溶液，2mL MIBK，充份振荡 3min，静止分层后，弃去水相，将有机相转移入小烧杯中①，用 GFAAS 测定。

注：①采用 APDC/MIBK 萃取体系，形成 Cu、Pb 络合物，水相与有机相之比（5＋1）。

三氧化二铝（CaO）

FAAS 法[75]

称取 0.500g 样品于聚四氟乙烯溶样器中，加入 8mL HCl（1＋1）装好溶样器放入高温 240℃的烘箱内，保温 5h，断电使其自然冷却后取出，将溶液转入 50.0mL 容量瓶中，用水定容后摇匀。

分取上述溶液 20mL 于 250mL 烧杯中，加入 2mg Fe^{3+} 和过量的 NaOH，使 Ca 随 $Fe(OH)_3$ 共沉淀与 Al 分离，加热使胶体凝聚，过滤洗涤后的沉淀用 1.2mol/L　HCl 5mL 溶解后，继续加入过量的 NaOH，进行二次共沉淀，其步骤同前，最后沉淀用 1.2 mol/L　HCl 5mL 溶解于盛有 20mL 0.1%　SDS①水－乙醇溶液（水＋乙醇＝3＋1）的 50.0mL 容量瓶中，加入 2 滴 La^{3+} 盐溶液以消除残余干扰，用水稀至刻度混匀，测定 Ca。

注：①SDS：十二烷基磺酸钠是阴离子表面洗性剂，在本文中作为增敏剂（增感剂）。

工业氯化锶（Ca）

FAAS 法[74]

称取 0.500g 样品，加入 4mL HCl（1＋1），溶解后，移入 100mL 容量瓶中，稀释至刻度，摇匀。

取上述溶液 10.0mL 于另一支 100mL 容量瓶中，用水稀至刻度。

标准系列用 100μg/mL 的 Ca 配制，在 100mL 中加入 10mL 锶溶液（1mg/mL）作为基体改进剂，用水稀至刻度，备用。

高纯氧化钐（Fe）

GFAAS 法[79]

称取 0.400g 高纯氧化钐样品，置于小烧杯中，用少量水润湿，加稀 H_2SO_4 并加热溶解后，转移至

200mL 容量瓶中定容，分别吸取 20mL 此试液，置于分液漏斗中，用稀 HNO_3 调节溶液 pH 值为 3～4，加入 2mL APDE（2%），2mL MIBK[①] 充分摇动 3min，静置分层后分离，弃去水相，将有机相转入小烧杯中用 GFAAS 法测定。

注：①MIBK：分析纯，用蒸馏水配成饱和溶液。

氧化铝（Na、K、Fe、Zn、Li）

高压溶样—**FAAS** 法[80]

样品预先在 300℃烘箱中干燥 2h，置于干燥器中冷却至室温。

称取 Al_2O_3 样品 1.000g 于 30mL 聚乙烯密封溶样器的烧杯中，加入 HCl（3 + 1）10.0mL，加盖，将溶样器置于不锈钢外套中，拧紧盖后置于炼钢箱中，升温至 240 ± 3℃，保温 4h，冷却至室温。

取出聚四氟乙烯反应杯，将溶液移入 50.0mL 容量瓶中，用水先洗反应杯，洗液并入容量瓶中，加入 25g/L CsCl 溶液 2.0mL，并稀释至刻度，混匀，此溶液用作 K_2O、Fe_2O_3、ZnO、Li_2O 的测定。

取样品溶液 5.0mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀．再分取稀释后的溶液 5.0mL 于 25.0mL 容量瓶中，加入 25g/L CsCl 溶液 2.0mL，用水稀释至刻度，混匀。此溶液进行 Na_2O 的测定。

氧化铝（Pd）

FAAS 法

将催化剂（氧化铝）样品研细，于 120℃下干燥 4h，称取 0.1～0.7g（称准至 0.0001g）于 100mL 烧杯中，加入 20mL HCl（1 + 1）搅拌下加热，保持微沸至近干，加入 5% HCl 20mL，搅拌下加热微沸 5min，冷却，连固体转移至 50.0mL 容量瓶中，用 5% HCl 定容。静置后，取上层清液待测。

高纯氧化铝（Si）

GFAAS 法[83]

称取高纯超细氧化铝粉 0.200g，加氟化铵[①] 溶液 2mL，及 HCl 于高压密封罐中消解，消解后转入 50.0mL 量瓶中，用水稀至刻度，摇匀备用。

注：①氟化铵溶液：5g/L。

铅阳极泥（Te）

FAAS 法[84]

称取 0.100g 铅阳极泥于 100mL 烧杯中，用水温润，加 15mL 酒石酸（10%）5mL HNO_3，低温加热溶解，再加 2mL HCl，加热至溶解完全，移入 50mL 比色管中，以水定容，混匀待测。

磷铁（Ti）

分光光度法[85]

磷铁是较难溶的铁合金之一，所以本文采用含有 H_3PO_4 的混酸溶样，加入 H_2SO_4 防止了焦磷酸盐析出，可以完全溶解。

称取 0.100g 试样于 250mL 烧杯中，加 10mL HCl，10mL HNO_3，5mL H_3PO_4 及 5mL H_2SO_4。在电炉上加热溶解，待黄烟消失后，蒸至冒 H_2SO_4 白烟 1min，取下冷却，慢慢加入 40mL 水，加热溶解盐类，冷却后移到 100mL 容量瓶中，用水稀至刻度，摇匀。

吸取 10.0mL 上述试液于 50.0mL 容量瓶中，加 8mL 水，5mL Vc，放置 10min，加 10mL HCl，10mL DAPM 用水稀至刻度，摇匀。放置 10min 比色，用不加 Ti 的溶液作参比，1cm 比色皿，在波长 420nm 处测

量吸光度。

锌及其化合物（Ni、Ag、Cd、Al、Mn、In、Bi、Sb、Cr、Fe、Cu、Co、Sn、Pb、As）

FAAS 法[81]

取 250mg 样品于 50mL 烧杯中，加 HCl 低温溶解，稀释成 25mL，使酸浓度为 20%。

另取 2.5g 样品于 100mL 烧杯中，加 HCl 低温溶解。加 25mL　10%　HCl 的钇溶液，用氨水中和至 $Y(OH)_3$沉淀完全、Zn 络合完全，再过量 2～3mL。静置半小时以上。用中速定量滤纸过滤，10%　氨水洗烧杯及沉淀 5～6 次，保留沉淀。用 50%　热 HCl　5mL 溶解沉淀，溶解液收集于 25.0mL 量瓶中，再以 20%热 HCl 依次洗烧杯壁和滤纸，洗液并入溶解液中、定容。使酸浓度为 20%。随同试样处理平行进行三份空白试验。

由于 Zn 对 In、Sn、Pb、Bi、Sb 和 As 的测定有严重干扰，所以用氢氧化钇共沉淀分离后可获得良好效果。

钨及钨化合物（K、Na）

FAAS 法

称取一定量的试样置于石英烧杯中，用水湿润，WO_3 用 20mL 氨水溶解，钨粉、蓝钨用 10mL H_2O_2 溶解。低温加热至试样完全溶解后，取下烧杯，用水吹洗杯皿和杯壁，移入予先加有 1mL 柠檬酸（50%）以及 0.5mL　CsCl（20mg/mL）的 50.0mL 容量瓶中，用水稀至刻度，待测①。

注：①使用标准加入法消除钨基体对 K、Na 的干扰。

磁铁精矿（Ni）

FAAS 法[86]

称取约 0.200g 样品于聚四氟乙烯坩埚中，加入 5mL HCl，数滴 HNO_3，5mL HF，2mL $HClO_4$，加热至完全溶解并冒浓烟，以水吹洗继续冒烟至近干，加 6mL　6mol/L　HCl 溶液，定容至 100mL，摇匀待测①。

注：①此法尚适用于所有铁矿及锰矿。对铅矿石、硅石、明水宝石此方法也适用。

7.4 稀土元属

稀土（Eu）

GFAAS 法[87]

称取 0.400g 混合稀土氧化物（含微量铕）用适量 HCl 溶解，移入 25.0mL 容量瓶中，以水定容，摇匀。移取 5.00mL 于 25.0mL 容量瓶中，加入 5mL 10mg/mL NH_4Cl①溶液，以水定容，备用。

注：①NH_4Cl 为基体改进剂。

多组分稀土（Sm、Nd、Pr、Dy）

ICP－AES 法[88]

称取在高温炉中经 800℃灼烧 2h 的稀土富集样 0.1g 左右，置于 100mL 烧杯中，以水润湿后加入约 4mL HCl，加热溶解，补少许 H_2O_2 并继续加热，反复几次直至溶液清亮，并使剩余的 H_2O_2 完全分解，转入 100mL 容量瓶中，以水定容并摇匀（保持 2%HCl 酸度），待测。

高纯氧化铥（稀土杂质元素）

ICP－AES 法[90]

准确称取 50mg 试样，置于 10mL 石英烧杯中，加入 1mL HNO_3（1＋1）加热溶解，冷却，移入 50.0mL 容量瓶中，加入 2.5μg In 标液（内标），以水定容摇匀。同时作空白试验按仪器条件测试。

高纯 La_2O_3（Ce、Pr、Nd、Sm）

ICP—直读光谱法[91]

称取 0.1173g La_2O_3（相当于 0.10g La）置于 50mL 烧杯中，加几滴蒸馏水润湿，再加入 5mL HCl，加热 2～3min 至样品全部溶解至无色透明。将其转移到 100mL 容量瓶中，加入 5mL 40mg/mL 的 Li 溶液，用水稀释至刻度，摇匀。待测溶液中含 La 为 1mg/mL，Li 为 2mg/mL。

稀土氧化物富集样品（La、Gd、Pr、Nd、Sm、Eu、Tb）

ICP－AES 法[92]

称取稀土氧化富集样 0.100g，加入少量 HCl 和 30%（V/V）的 H_2O_2，在电炉上加热溶解，微热蒸至近干，用 5%（V/V）的 HCl 定容至 100mL，待测。

氧化钐、氧化铕、氧化钆（14 个稀土元素）

粉末－**AES** 法[93]

称取 0.2－1.0g 氧化钐、氧化铕、氧化钆样品，分别加入 5～6mL HCl（1＋2），加热溶解，蒸至近干，加水 20～100mL 溶解，调节 pH＝5～6 后，用 2－乙基已基膦酸单 2－乙基已酯萃取色谱分离柱分离 Sm、Eu、Gd 中的全部稀土元素，改变洗脱酸度达到基体元素与杂质元素的定量分离，然后加入 Sc_2O_3 内标，以 CsCl 为载体，用炭粉吸附，低温蒸干装入 φ3mm×3mm×0.7mm 石墨电极中，用 WP－2L 型 2 米平面光栅摄谱仪测定。

二氧化锆（Eu）

萃取电热蒸发、**ICP－AES** 法[94]

称取 0.0675g ZrO_2 和 0.3377g $(NH_4)_2SO_4$ 于 10mL 石英烧杯中，然后加入 1mL H_2SO_4，加热至溶液透亮，继续蒸干至不再有白烟，$(NH_4)_2SO_4$ 分样。残渣用 6mol/L HNO_3 溶样，定容到 25.0mL。

在上述 25.0mL 试液中加入等体积的 PMBP－氯仿溶液①，萃取 15min 静置分层后，移去有机相，水相转移到 25mL 烧杯中，加热蒸发近干，加 0.5mL $HClO_4$ 和 HNO_3 溶液，加热破坏残留的有机物，冷却后用水定容至 10.0mL，摇匀待测。

注：①0.1 mol/L PMBP－氯仿溶液是将 27.80g PMBP 溶解在 1000mL 的氯仿中配成。

铌、钽复合氧化矿物（Al、Ca、Fe、K、Mg、Mn、Na、Nb、Pb、Sb、Ta、Th、Ti、U、W、Y、Zr）

ICP－AES 法[95]

称取试样 5～10mg，放入已称重的铂坩埚中，加 5mL 氢氟酸、9mL 硫酸（1＋1），加热溶解，发烟 10min，驱除氟氢酸，冷却室温后称重求出剩余硫酸量，再加入适量的硫酸和过氧化氢，使以水稀释后体积为 100mL，溶液中含浓硫酸 5mL 和 30%的过氧化氢 2mL。过氧化氢对发射强度影响不大，故加入量不必十分准确。标准溶液中应含有相同量的硫酸。标准溶液测 4 次平均，试样测 3 次取平均值。

7.5 其他

分子筛催化剂（Ba、Ca）

火焰发射光谱法[97]

准确称取 0.2g 左右分子筛催化剂样品于聚四氟乙烯杯中，加水润湿，加入 5mL HNO_3（1 + 1）装入压力溶弹，压紧后放在 180℃的烘箱内恒温 3h，取出冷却，将试样转入 50.0mL 容量瓶中，用水定容并摇匀。然后过滤，滤液分别放入 2 个 25.0mL 容量瓶中，一个加入 0.1g　Sr 盐（$SrCl_2 \cdot 2H_2O$）用以测定 Ba、另一个用以测定 Ca。

焊尘（Fe、Ni、Mn）

FAAS 法[99]

以 15　L/min 的采样速度采空气 60L，并记录采样时的温度、压力。将采样后的滤膜放入 50mL 高型烧杯中，加入 8mL 混酸①，盖上表面皿，在可调温砂浴电炉上加热，直到消解完全、加热近干。冷却后，残余物用 1mL 30% 的 HNO_3 溶解，转移至 25.0mL 容量瓶中。用去离子水冲洗烧杯，表面皿各三次，一并转移至 25.0mL 容量瓶中，加去离子水稀释至刻度。摇匀待测。

注：①混酸：$HNO_3 + HClO_4 = 9 + 1$

磁化杯（Pb、Cd、Fe）

FAAS 法[100]

将磁化杯粉碎，称取试样 1.000 ~ 2.000g（测 Fe 0.100 ~ 0.200g）于 500mL 定氮瓶中加入 15mL $HNO_3 + HClO_4 =$（3 + 1）缓慢加热，消化至溶液剩余 5mL 左右时，加 10mL 去离子水（二次）赶去残余酸，冷却后，用去离子水定容至 20.0mL。待溶液澄清后，取上层清液待测。

高纯阴极铜（Pb、Bi、Sb）

沉淀分离 **ICP – AES** 法[101]

称取试样 5.000g 于 500mL 烧杯中，加入 HNO_3（1 + 1）40mL，加热至完全溶解，加入铁溶液 7.5mL，补加水使溶液总体积为 200mL，加热至 50 ~ 60℃，在不断搅拌下加入氨水使铜完全络合（此时溶液呈深蓝色），并过量 10mL，于 70 ~ 80℃保温 30min。用快速定量滤过滤，用氨水（2 + 98）洗涤烧杯及沉淀各 5 次，再用热水洗涤 3 ~ 5 次，弃去滤液。用 10mL HCl（1 + 1）分两次将沉淀溶入原杯中，用热水洗涤滤纸 3 次，洗液并入烧杯中，浓缩至约 30mL，冷却至室温，移入 50.0mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。用超声雾化 – ICP – AES 法测定。

铂网废料（贵金属 Pt、Pd、Ph、Ir、Au）

ICP – AES 法[102]

称取 0.500 ~ 1.000g 样品于 30mL 镍坩埚中，加 25g 过氧化钠，在 700℃马弗炉中熔融分解 10min，冷却后用水浸取并酸化于 100mL 容量瓶中，制成含 1.2mol/L HCl 试液，视其贵金属量，取一定量试液于 60mL 分液漏斗中，加入 2mL 1.2mol/L KI，用 1.2mol/L HCl 溶液调节酸度至 0.36mol/L，加 6mL 1×10^{-3}　mol/L MG（孔雀绿），控制溶液最后体积为 25mL，（含铑、铱的溶液需预先在沸水浴上加热 20min，后转入分液漏斗中）。放置 30min，加入 5mL 环已烷，振荡浮选 1min，弃去水相，倾析出环已烷，用一定量王水溶解。洗涤漏斗壁上浮选沉淀物，溶液收集到 50mL 烧杯中，在电热板上蒸至近干，再用 10mL 王水处理一次，

最后用 5mL HCl 赶 HNO_3 二次，蒸至近干，用 1.2mol/L HCl 溶解干盐，并转入 100mL 容量瓶中，定容摇匀，用 ICP－AES 测定。

炉渣（Al_2O_3、MgO 、CaO 、TFe、MnO 、P_2O_5）

ICP－AES 法[96]

称取 0.100g 炉渣样品，置于聚四氟乙烯烧杯中，加入 10mL HCl，在电热板上加热，滴加 HF 至试样全部溶解。加入 2mL $HClO_4$，加热至冒 $HClO_4$ 白烟 2min，用少量去离子水冲洗聚四氟乙烯杯壁，再加热至冒烟 $HClO_4$ 白烟 2min，冷却，加入 5mL HCl 及 10mL 水溶解盐类，转移至 100mL 容量瓶中，用移液管准确加入 10.0mL 钇溶液（作为内标），用水稀至刻度，摇匀待测。

磁性材料（Ba）

FAAS 法

称取 1.000g 样品，加 15mL HCl，5mL $HNO_3$①，加热溶解完全，蒸发至近干。冷却，加入 7.5mol/L HCl 20mL 溶解盐类，移入 125mL 分液漏斗中，加入等体积的的甲基异丁酮②，振荡，静置分层后，弃去有机相。用水浴蒸至近干，加 8mol/L HNO_3 6mL 溶解盐类，移入 50.0mL 容量瓶中，加入 2mL Sr 盐（50g/L）定容，摇匀，待测。

注：①Ba 在 HNO_3 介质中的灵敏度强于在 HCl 介质中。

②大量的 Fe 会给 Ba 造成负干扰，采用 MIBK 萃取分离。

磁性材料（Sr）

FAAS 法

称取约 0.100g 样品，加入 5mL HCl，2mL HNO_3 加热至完全溶解，直至近干，冷却，加 8mol/L HNO_3 6mL①，溶解盐类，移入 100mL 容量瓶，再加 4.0mL Ca 盐（50g/L），定容待测②。

注：①Sr 在介质 HNO_3 中的灵敏度高于 HCl 介质。

②本方法大量 Fe 共存时，会使 Sr 的灵敏度降低，Fe^{3+} 为 600mg/L 时，会使 Sr 的吸光度降低约 100%，故标准系列中需加入等量的 Fe^{3+}。

玻璃纤维（Ca、Mg、Al、Fe、Ti、Cu、Pb、As、Sb、Zn、Ni、P、La、Cr、Mn）

ICP－AES

称取烘干至恒重的试样 0.200g 置于铂金皿中，加少量水湿润，加入 10mL HF，2mL HNO_3，1mL $HClO_4$，在沙浴上加热蒸发至近干后，再加入 1mL $HClO_4$，继续加热至白烟冒尽，取下冷却。加入 10mL HNO_3（1＋1）浸取，微热，使盐类溶解，取下冷却，定容于 100mL 容量瓶中，供 ICP－AES 测定锰、钛、铜、锌、铅、锑、砷、镍、镧、磷、铬、铁等元素，吸取上述溶液 5.0mL 于 50.0mL 容量瓶中，加硝酸 2.0mL，用水稀释刻度，留待测定镁、钙、铝。同时制备试剂空白溶液①。

注：①在用 ICP－AES 做定量分析之前，先用 X－荧光光谱仪作定性分析

称取样品 1.000g，无水四硼酸锂 4g，于特制铂金坩埚中，混匀，加入 3%碘化钾溶液 3 滴，将坩埚放入高频加热自动熔片机上，熔样 4min，冷却，制成透明圆形分析样片，取下，放入 X－荧光光谱仪上，进行扫瞄分析，从谱线强度和谱图上确定样品中含有杂质元素。

参考文献

[1] 侯列奇，王树安，席代明等. 冶金分析，1996，16（2）：12～15

[2] 赵玉珍，吕佩德. 现代仪器使用与维修，1998（1）：18～19
[3] 孟兰香，张青，王正良等. 现代仪器使用与维修，1998（5）：29～33
[4] 谢文兵，姚金玉. 理化检验（化学分册），1997，33（3）：
[5] 刘英，陈炜. 分析实验室，1996，15（1）：71～73
[6] 路培乾. 冶金分析，1996，16（5）：39～40
[7] 靖振海. 光谱仪器与分析，2001，（3）：31～33
[8] 李丽华，张金生，尹学情等 . 冶金分析，2001，21（1）：27～29
[9] 孙汉文，陈兰菊，杨莉丽. 分析化学，1998，26（4）：410～413
[10] 叶晓美，冯艳秋，李帆 . 分析试验室，2002，21（增刊）：167～169
[11] 姚金玉，段红峰，云作敏. 光谱学与光谱分析，1994，14（6）：83～86
[12] 胡洛翡，刘幸 . 冶金分析，2001，21（1）57～58
[13] 朱海燕，于永栗，蔡士端. 光谱学与光谱分析，1992，12（6）：47～50
[14] 庞纪士. 冶金分析，1996，16（4）：47～48
[15] 李梅，蔡宁，曹亚萍. 塞曼火焰原子吸收光谱应用手册. 北京：地质出版社，1996：320
[16] 叶晓关，李帆 . 光谱实验室，2001，18（5）：697～699
[17] 陈斌 . 理化检验—（化学分册）2002，38（5）：259
[18] 黄学义 译. 分析化学 译刊，1988，5（12）：51～53
[19] 喻银谷，冶金分析，1996，16（5）：43～44
[20] 黄学义 译. 分析化学 译刊，1988，5（12）：51～53
[21] 陈建国，应晓浒，曹国洲 . 冶金分析 2001，21（1）：59～61
[22] 陈建国，应晓浒，曹国洲等 . 冶金分析，2001，21（1）：59～60
[23] 李梅，蔡宁，曹亚萍. 塞曼火焰原子吸收光谱应用手册. 北京：地质出版社，1996：397
[24] 韩宝衍，谭宝风，分析实验室，1996 ，15（4）：43～46
[25] 朱海燕，于永栗，蔡士端. 光谱学与光谱分析，1992，12（6）：47～50
[26] 朱海燕，于永栗，蔡士端. 光谱学与光谱分析，1992，12（6）：47～50
[27] 陈冠华. 冶金分析，1997，17（3）：56～34
[28] 王荣，田丹华. 微量元素研究进展（第一辑）. 北京：化学工业出版社，1995：288～291
[29] 赵国华，罗津伟，马桂元. 分析实验室，1993，13（4）：59～60
[30] 周品玉. 有色金属分析通讯，1991（6）：20～22
[31] 郭维一，张虹. 分析实验室，1993，12（4）：64～68
[32] 谢荣厚 译，原光 校. 国外光谱分析快报（内部），1984（12）：4～48
[33] 李玉珍，邓宏筠. 原子吸收分析应用手册. 北京：北京科学技术出版社，1990：116～117
[34] 李新友，何新礼. 冶金分析，1996，16（4）：45～46
[35] 张力 . 有色金属分析通讯，1991（6）：31～33
[36] 李玉珍，邓宏筠. 原子吸收分析应用手册. 北京：北京科学技术出版社，1990：309～310
[37] 刘刚 . 冶金分析，1996，16（2）：48～49
[38] 于炜. 有色金属分析通讯，1994（2）：10～16
[39] 李新友，何新礼. 冶金分析，1996，16（4）：45～46
[40] 褚连青，王金刚，王奕 . 现代仪器，2000，（1）：17～18
[41] 铁生年. 微量元素研究进展（第一辑）. 北京：化学工业出版社，1995：321～322
[42] 李梅，蔡宁，曹亚萍. 塞曼火焰原子吸收光谱应用手册. 北京：地质出版社，1996：233

[43] 张光炎，王炬，吕建明．分析试验室，2002，21（增刊）：184
[44] 李玉珍，邓宏筠．原子吸收分析应用手册．北京：北京科学技术出版社，1990：117～118
[45] 李梅，蔡宁，曹亚萍．塞曼火焰原子吸收光谱应用手册．北京：地质出版社，1996：340
[46] 薛潮明．有色金属分析通讯，1998，(3)：7～8
[47] 孙汉文，陈兰菊，孙建民．光谱学与光谱分析，1998，18（5）：597～600
[48] 张贤，梁金凤，分析试验室，2002，21（增刊）：157
[49] 汤志勇，敖慷，邱海鸥．第五届全国原子光谱分析学术报告会论文集，1996：185
[50] 孙燕，陈明，柳景耀．分析试验室，2002，21（增刊）：162～163
[51] 周启文，郑永章．分析实验室，1995，14（6）：49～52
[53] 潘鸿器，李风娥．分析实验室，1993，12（2）：76～77
[54] 铁生年，张志刚，陆建民．现代仪器使用与维修，1997，(5)：33～36
[55] 赵永魁，张玉新，陆雅琴．光谱学与光谱分析，1993，13（4）：71～76
[56] 李梅，蔡宁，曹亚萍．塞曼火焰原子吸收光谱应用手册．北京：地质出版社，1996：381
[57] 曾纪铭，王云．痕量分析，1985，(2)：50～52
[58] 宋武元，华斌，胡小云．光谱学与光谱分析，1997，17，(1) 83～86
[59] 宋丽君，朱辉．化学分析计量，2000，9（4）22～23
[60] 林建基，分析化学，1986，14（2）：119～129
[61] 向立人，王欣，刘盛聪．分析实验室，1995，14（4）：26～29
[62] 严钊．分析实验室，1996，15（2）：86～88
[63] 蔡玉钦，龙进茂，周连君．光谱学与光谱分析，1996，16（5）：105～107
[64] 谢绍金．分析试验室，2002，21（增刊）：190～192
[65] 王文琴，魏继中，马光正．光谱学与光谱分析，1994，14（6）：87～93
[66] 蔡绍勤，潘书慧，张楠．分析实验室，1995，14（4）：1～4
[67] 黄业初，毕蓉，化学分析计量，11（6），35～37
[68] 张克佼．理化检验～（化学分册），2000，36（3）：130
[69] 邓永蓉，范国俊．微量元素研究进展（第一辑）．北京：化学工业出版社，1995：294～297
[70] 张贤，梁金凤．分析试验室，2002，21（增刊）：157
[71] 李振亚．分析实验室，1994，13（1）：47～51
[72] 罗守宽．冶金分析，1997，17（3）：51～53
[73] 周启文，赵春华．分析实验室，1995，14（1）：59～62
[74] 姚桂菊．分析试验室，2002，21（增刊）：153
[75] 代凤娥．光谱学与光谱分析，1992，12（2）：93～97
[76] 蔡翠侨，吴天良．光谱仪器与分析，49（4）：1～6
[77] 龙洲雄，万春花．分析试验室，2002，21（增刊）：164～165
[78] 霍广进，闫俊英，第五届全国原子光谱分析学术报告会论文集，1996：151
[79] 霍广进，高元哲，马丽娜．冶金分析，1996，16（5）：31～32
[80] 蒋炜，任风莲，秦文忠．理化检验—（化学分册）2000，38（6）：306～307
[81] 邱红莲，刘继升．光谱学与光谱分析，1998，18（5）：580～582
[82] 李佳．微量元素研究进展（第二辑）．北京：万国学术出版社，1997：279～281
[83] 赵勤，牟淑全．理化检验，1997，33（3）：115～119
[84] 石松，陈光英．有色金属分析通讯，1991，(6)：33～34

[85] 杜建民，李存根，冶金分析，1996 16（5）：54
[86] 李梅，蔡宁，曹亚萍．塞曼火焰原子吸收光谱应用手册．北京：地质出版社，1996：338
[87] 何捍卫．光谱学与光谱分析，1994，14（2）：97～100
[88] 倪永年，张霖霖．光谱学与光谱分析 ，1996，16（3）：74～78
[89] 光谱学与光谱分析，1995，15（2）：49～56
[90] 张楠，刘湘生，蔡绍勤．分析实验室，1996，15（6）：13～16
[91] 陈春泉．光谱学与光谱分析，1995，15（3）：77～82
[92] 光谱学与光谱分析 ，1995，15（2）：49～56
[93] 中国无机分析化学文摘，北京：冶金工业出版社，1998，15（3）：69
[94] 陈世忠，彭天佑，江祖成．分析化学，1998，26（6）：762～765
[95] 冶金分析国外文摘摘译专辑（内部），1986（6、7）：73～74
[96] 张建华，李宇彤，田玲．冶金分析，1996，16（5）：49～50
[97] 金珊，姚丽珠．分析实验室，1995，14（4）：57～58
[98] 胡晓静，赵恒英，陈新．分析试验室，2002，21（增刊）：196～197
[99] 焦玉梅，张锐．第二届原子吸收和紫外光谱分析学术交流会论文集（内部）：3～6
[100] 沈惠君．光谱学与光谱分析，1995，15（5）：63～65
[101] 李岩松，安肃，于锦强，理化检验－（化学分册），2000，36（3）：124～128
[102] 赵云昆，方卫，赵敏政．分析实验室，1996，15（5）：63～65

第 8 章　药类

8.1　概述

本章包括西药及中医的样品制备或预处理。由于药物试样与其它试样不同，它直接与人类的生命、疾病及健康有关，由于药品用量相对较少，但品种繁多，故需安全、准确、迅速的采样和正确的进行样品的制备或预处理。

药类大致可以分为化学药物及其制剂、中草药、生物制剂等几种。这些药物的成分显著不同，制法、性质、外形也截然不同，故取样时和制备样品的方法也不相同。

8.2　西药类

西药（非那西汀氨基比林咖啡因）

共轭梯度分光光度法[1]

取克感敏片 20 片，研细。称取适量（约相当于非那西汀 100mg）置于 25.0mL 容量瓶中，加 20mL 乙醇充分振摇使其溶解，用水定容，摇匀，过滤，弃去初滤液，精密量取续滤液 2.0mL，置于 100mL 容量瓶中，用水定容，混匀，以水为空白，在分光光度计上于波长 235 – 265nm 区间，间隔 3nm 测定吸光度。

西药（伊帕司他）

非水溶液滴定法

称取伊帕司他合成品约 0.300g 于 100mL 碘量瓶中，加入 30mL 二甲基甲酰胺溶液，使之溶解，加入 1%百里酚兰指示剂一滴，用 0.1mol/L 的氢氧化四丁基铵标准液滴定①至溶液呈草绿色，并将滴定结果用空白试验校正，计算伊帕司他的含量。

注：①滴定剂氢氧化四丁基铵溶液比 NaOH 溶液应更易吸收 CO_2，故使用时现配，为防止吸湿和溶剂的挥发需贮存于密闭的硬质玻璃器皿内。

西药（对氨基水杨酸钠）

分光光度法[3]

取对氨基水杨酸钠片 10 粒，剥去糖衣，精密称足重量，研细。将研细的粉末精密称取适量（约相当于对氨基水杨酸钠 50mg）于 100mL 容量瓶中，用丙酮溶解、定容、备用。

取上述试液适量于 5.0mL 容量瓶中（含对氨基水杨酸钠≤8mg）加入 2.6 – 二氯醌氯亚胺 2.0mL，用丙酮稀释至刻度摇匀。置于 40℃恒温水浴中保温 20min，取出溶液冷却至温室，用 1cm 比色皿以试剂空白为参比，在波长 660 nm 处测定其吸光度。

西药（维生素 B_{12}）

GFAAS 间接测定[4]

每一个维生素 B_{12}①的分子中都含有一个钴分子，通过 AAS 测定 Co 的含量，可间接计算出 B_{12}的含量，

将 10 片维生素 B_{12}药片用玛瑙乳钵研细，全部转入 250mL 塑料瓶内，准确加入 50 mL 水，盖严瓶盖，在 20 – 25℃室温下，用往复式振荡器振荡 2h，用定量滤纸过滤到小塑料瓶内，作为待测试液，同时带空

白试液。

注：①维生素 B_{12}又称甲基钴胺素。

西药（胰岛素）

FAAS 间接测定[5]

胰岛素中含少量的锌，分析胰岛素又分为晶阮胰岛素和精阮胰岛素液。

1）晶阮胰岛素：准确称取 5.0mg 样品于 50.0mL 的容量瓶内，加入 10mL 水制成乳浊液，滴加 HCl（1 + 1）使其溶解透明，用水定容，摇匀备用。

2）精阮胰岛素液：取 1.0mL 精阮胰岛素液置于 50.0mL 容量瓶内，加入 10mL 水制成乳浊液，滴加 HCl（1 + 1）溶液，使其溶解透明，用水定容，摇匀，待测，同时制备空白溶液。以 Zn 的标准溶液及火焰条件测 Zn。计算出晶阮胰岛素和精阮胰岛素的含量。

西药（盐酸布比卡因）

FAAS 法[6]

本法提出了在 N，N－二甲基甲酰胺（DMF）存在下，用二氯乙烷萃取盐酸布比卡因与钴硫氰酸根生成的离子对缔合物，经反萃取后，用原子吸收法测定反萃取液中的 Co^{2+} 间接测定盐酸布比卡因的含量。

依次移取一定量的布比卡因标准溶液于 25mL 比色管中，依次加入二氯化钴溶液（1g/L）4.0mL，1.0mL 硫氰酸铵溶液（35%），1.0mL HAc－NaAc 缓冲溶液（pH = 3.6）和 1.2mL DMF（N，N 二甲基甲酰胺），用水稀释至刻度（共 10.0mL），摇匀。继后加入 10.0mL 二氯乙烷，振荡 0.5min，静置 20min，取二氯乙烷层加蒸馏水 10.0mL 进行反萃取，振荡 5min，静置 30min，以空白溶液为参比，应用空气一乙炔火焰进行原子吸收测定。

精确吸取盐酸布比卡因注射液 1.00mL 于 25.0mL 容量瓶中，以水稀释至刻度，分别取 1.00mL 置于 25mL 比色管中，按上述方法操作。

8.3　中药类

中药（As）

HG－AFS 法[7]

称取片子癀，六味地黄丸粉末（粉碎过 50 目筛）各 0.500g，置于 150mL 烧杯中，加 HNO_3 10mL 盖上表皿，放置过夜。次日置于电热板上，于 150℃加热 30min，取下冷却，加 3mL $HClO_4$，加热至 $HClO_4$ 冒烟。取下加 5mL HCl，低温加热溶解可溶性盐，转入 50.0mL 容量瓶中，用 2% HCl 稀释至刻度。取上述溶液 10～20mL 加入 10% 硫脲 2mL，抗坏血酸 1mL，在 5% HCl 介质中，定容 25.0mL 以 0.7% $NaBH_4$ 作还原剂用氢化物发生－原子荧光光谱法测定。

中成药（As、Bi、Hg）

FAAS 法[8]

准确称取样品 1.0g 左右于小烧杯中，先加入 5mL　HNO_3，1mL $HClO_4$，静置过夜，次日，将样品置于电炉上加热，消化至近干。冷却后，加入 5mL 水，微沸至近干，如此反复操作 2～3 次，冷却，加入 1mL HNO_3（1 + 1）及 4～5mL 水，微沸 5min，冷却，移入 50.0mL 容量瓶中，用二次水定容。

中草药（As、Sb、Se、Hg）

HG－AFS 法[9]

称取 1.000g 中草药样品于 150mL 烧杯中，加入 15mL HNO_3，盖上表面皿，在通风柜中放置过夜。次日在电热板上低温加热至溶液剩余 5mL 左右，加入 2mL H_2O_2，蒸至约 3mL 时再加 2mL H_2O_2，继续蒸至约 1mL 左右。稍冷后，加入 3mL　HCl，加热煮沸 3～5min，冷却后转移到 25mL 比色管，用水稀释至刻度，摇匀。

1）Se 的测定：吸取 2.0mL 清液于氢化物发生器中，加入 2mL $FeCl_3$ 溶液，然后自动加入 KBH_4 溶液，记录 Se 的荧光峰值。

2）Hg 的测定：吸取 2.0mL 清液于反应器中，加入 KBH_4 溶液，记录 KBH_4 汞的荧光峰值。

中药（As、Hg）

高压溶样－AFS 法[10]

称取经烘干研磨后的样品约 0.300g，置于 PTFE[①]消化罐中，加入 4mL HNO_3，1mL $HClO_4$ 设置压力档为二档（1.2 MPa），微波加热 3.5min。取出冷却，赶尽氮氧化物，用 10%　HCl 定容至 50.0mL，摇匀，用原子荧光光谱仪测定 As 及 Hg。

注：①PTFE 为聚四氟乙烯。

中药（Co、Fe、Cu、Zn、Sr、Mn、Ni、Cr、Mo、Pb）

ICP－AES 法[11]

1）湿法消化：准确称取适量试样（视待测元素含量而定）于石英烧杯中，用少量水润湿后，加 25mL HNO_3，混匀，盖上表皿放置过夜，低温消化后冷却，分次滴加 6mL H_2O_2，反应激烈后微沸消化，补加 2－3 次少量 HNO_3 和 H_2O_2（4＋1），样品消解完全后蒸发至湿盐状，加少量水蒸发至近干，重复多次用少量 HCl（1＋1）溶解残盐，转入 10.0mL 容量瓶中定容，混匀，并作空白溶液的最终酸度为 1mol/L HCl。

对 9 种氧化性混酸作了消化中药的比较，多次试验表明含 H_2SO_4 的三体系混酸消化效果好，但白色沉淀多，而且过量的 H_2SO_4 影响测定，赶 H_2SO_4 白烟费时，尚容易引起挥发元素的损失，含 HF 的三酸消化操作复杂，需要铂皿；两酸体系中以 HNO_3－$HClO_4$ 的消化能力强，但也有 H_2SO_4 冒烟的缺点，HNO_3＋HCl 体系消化效果较差，而 HNO_3－H_2O_2 体系效果与 HNO_3－$HClO_4$ 相近，过量试剂易除去，操作安全，空白低。回收效率在 88%～108%，由于该体系中 H_2O_2 在酸性介质中能在低温下分解，产生高能态的活性氧，HNO_3 分解产生 NO_2 有催化氧化的作用，增加了混酸的氧化能力，提高反应速度，再者由于以混酸消化温度不很高，对测定挥发性元素有利，混酸的比例以 HNO_3＋H_2O_2＝4＋1 为宜。

2）干法消化：即干灰化法，准确称取适量样品于石英蒸发皿中，加 2mL　3.75mg/mL $(NH_4)_2HPO_4$ 溶液，2mL HNO_3，混匀。低温炭化完全后，移入 250℃马弗炉中，逐渐升温至 450℃，恒温灰化 4h，取出后用少量 HCl（1＋1）及几滴 HNO_3 溶解灰渣，以后操作同湿法。

在干灰化法中灰助剂的选择很重要，其效果依次为 $(NH_4)_2HPO_4$＞ HNO_3＞ KNO_3＞ $(NH_4)_2SO_4$＞K_2SO_4＞不加灰助剂。前两者联合使用效果最佳。其次灰化温度和灰化时间都很重要。

比较湿法消化和干法消化两种，以桃叶标准物质试验二者结果都与标准值一致，工作中选择哪一种方法消解样品可根据具体情况来决定。

中药方剂煎煮液（Cu、Li、Na、Be、Ba、Sr、Ca、Mg、Co、Ni、Zn、Mn、Cd、Fe、Cr、V）

ICP－AES 法[12]

将市售中药，经人工手选单体，弃去微细粉末及杂质；用牙刷刷去表层浮土，用自来水浸泡溶胀片

刻，表皮皱折处用牙刷及去离子水迅速刷洗并冲洗 2 次，置于洁净塑料盘中凉干或在 50～60℃排风干燥箱中干燥两天，用不锈钢剪刀剪切成片，于玛瑙粉碎机粉碎成 40 目尼龙筛过筛混匀，装入 500mL 磨口玻璃瓶中备用；按方剂配位，置于 1000mL 玻璃烧杯中，加入 400mL 亚沸蒸馏水，浸煮微沸 1h，过滤后，药渣倒回原烧杯中再浸煮一次。将两次滤液合并约 500mL 煎煮液，盛于聚乙烯瓶中，于 4℃冷藏备用。

分取煎煮液 25～50mL 于 100mL 高型烧杯中，加 4mL HNO_3，盖上表面，低温分解 2h，再控温 140℃消解 0.5h，待氮氧化物作用缓解后，控温 200℃分解并蒸至近干，稍冷，加入 2～3 滴 HNO_3 及 3～5 滴 H_2O_2，加热直至反应停止，稍冷，继续用 HNO_3、H_2O_2 反复处理 2～3 次，使溶液黄色消失。于烧杯中加入 2mL HNO_3（1＋1）及 4 滴 H_2O_2，加热溶解后再加入 5mL 亚沸蒸馏水温热，移入 10mL 带塞聚乙烯管中，稀释至刻度，摇匀。静置澄清，按仪器条件测量。同试样分析并行做 3～4 份空白试验，从试样分析值中扣除全程空白值。

中草药（Cu、Fe、Mn、Zn、Ni）

FAAS 法[13]

称取经烘干、粉碎、过筛的甘草样品 1.000g 置于 100mL 烧杯中，加入 10mL HNO_3，摇匀后，在 200－300℃的电热板上加热 0.5h。取下冷却，加入 10mL HNO_3，充分消解，再加 3mL $HClO_4$，继续在电热板上加热，至到有浓白烟产生，蒸去 HNO_3 和 HCl_4，取下烧杯，冷却，用定量滤纸过滤，以 HNO_3（10%）洗至 25.0mL 容量瓶中，定容，摇匀待用。

中草药漏芦（Fe、Mn、Cu、Ba、Sr、Cr、Al）

ICP－AES 法[14]

将药材漏芦用水冲洗剔除沙和泥后，用二次蒸馏水反复清洗，晾干后置于烘箱中烘干（80℃，约 4h），粉碎过 80 目筛，制得漏芦粉末存放于广口瓶备用。准确称取漏芦粉末 1.000 置于定氮烧瓶中，加入 16mL　HNO_3 后，放置过夜，加入 4mL　$HClO_4$，低温加热分解，待黄烟冒尽，升高温度加热蒸发溶液至近干，加入少量蒸馏水，继续加热至白烟冒尽，再加蒸馏水溶解后转入 25.0mL 容量瓶中，加内标元素 In，用蒸馏水稀至刻度。

中药、食品（Ge）

AAS 法[15]

将中药和食物样品上的杂物清除后烘干，用专用粉碎机将其研成粉末，混匀后于烘箱中 95℃恒温约 3h，冷却后置于保干干燥器中备用。

称取 3.000～5.000g 样品粉末于 100mL 的高型烧杯中，加入 50mL HNO_3 浸泡，盖上表面皿，在室温下缓慢反应约 1h，移至电热板上，缓慢加热消化样液约剩 5mL，分次加入 H_2O_2 共约 10mL，继续小心分解样液至近干，加入蒸馏水微热溶解后，移至 10mL 比色管，蒸馏水定容至刻度，摇匀，备用。

中药（Mo）

GFAAS 法[16]

取当归、党参、天麻、川芎等样品经切片破碎后，在 60℃下烘干至恒重。然后分别称取 0.200－0.500g 于 40mL 瓷坩埚中，置于马弗炉内，逐渐升温至 300℃，保温 1h，再继续升温至 550℃，恒温灼烧 4h。取出冷却，加 1mL 浓氨水在水浴上加热 5min，用 40mL 高纯水转移至 125mL 分液漏斗中（漏斗颈部的附着水用滤纸吸干），加 4mL HCl（1＋1），2.5mL 10mg/mL 铜铁灵溶液，用 5mL $CHCl_3$ 萃取 2min。将 $CHCl_3$ 层放入干燥的 10mL 试管中，于 75℃水浴上蒸去 $CHCl_3$，残渣用 1mL 含 Ca 500μg 的乙醇溶解，然后按选定

条件进行 GFAAS 法测定。

中药（Mo、Ge）

分光光度法[17]

称取干燥灵芝 25.000g 于烧杯中，用少量水润湿后，加 100mL HNO_3，盖上表面皿，放置过夜。低温消化后冷却，分次数滴加 25mL H_2O_2，待剧烈反应后微沸消解，中途补加 2～3 次少量 HNO_3 和 H_2O_2（按 4+1 比例）。样品完全溶解后，蒸发至湿盐状，加少量水蒸发至近干，重复多次处理后，用少量 6mol/L HCl 溶解残渣，转入 50.0mL 容量瓶中，以水定容。

取适量灵芝试液或矿泉水样于 10mL 比色管中，依次加入 6mol/L H_2SO_4 1.0mL、1.0×10^{-2} mol/L CTMAB①溶液 1.0mL、5′－NSF②溶液 0.6mL，用水稀释至刻度，摇匀，放置 20min 后，用 1cm 比色皿，在波长 513、533nm 处，以试剂空白作参比，分别测定 Ge 和 Mo 配合物溶液的吸光度。

注：①CTMAB：溴化十六烷基三甲铵。

②5′－NSF：5′－硝基水杨基荧光酮。

心灵丸（Sn）

高压溶样－GFAAS 法[18]

称取 0.400g 心灵丸，置于聚四氟乙烯坩埚中，加 5mL HNO_3，放置过夜。然后放入消化罐内，置烘箱于 120℃恒温消解 4h，取出，自然冷却。用 1% HNO_3 转移至 25.0mL 容量瓶中，加水定容，摇匀，吸取上层清液备用。

中草药（Sr）

FAAS 法[19]

称取已粉碎的样品 1.000g 于烧杯中，加 20mL HNO_3，低温加热溶解样品，再加入 2mL $HClO_4$，并加热煮沸消化样品至溶无色液透明，驱除酸至残渣近干①，冷却，用 0.16mol/L HNO_3 溶解并定容至 10.0mL 摇匀，待测。

注：①消解样品时不能蒸干，否则测定结果偏低。

抗癌中药（Zn、Cr、Mn、Fe、Cu、Sr）

X－射线荧光法[20]

中药材采自陕西咸阳市，经鉴定无伪劣品。处理时，依次用自来水、蒸馏水洗去泥土及外来污染物，然后在 60℃恒温箱中烘干。称取洁净药样 5.000g，加蒸馏水 50mL 浸泡 4h，置电炉上煎煮 30min 后，过滤去渣，滤液用 HNO_3－$HClO_4$ 消解，用水定容至 50.0mL。备用。

取上述已处理好的样品溶液 100mL 与内标钇溶液一起，点滴在聚脂薄膜胶带（该胶带无金属杂质）粘住的 Φ1.8cm 的定量滤纸上，自然凉干后用同一胶带密封并夹于 Φ2.2cm 的有机玻璃杯内，在 X 荧光谱仪上测量。

中药（Zn、Cu、Mn、Se、Cr、Fe）

溶出伏安法[21]

天麻（贵州）首乌（广东），各药材均取生药部位，洗去泥土，用去离子水冲洗干净，置干燥箱中烘干，其后，分别在玛瑙乳体中碾碎，过筛。准确称取天麻、首乌各 0.020g，分别放入石英烧杯中，分别加入 0.2mL $HClO_4$（70%）0.05mL H_2O_2（30%）放入紫外消化反应器中进行消解，至溶液完全消解为止。在

样品中加入适量二次蒸馏水，待测。

潞党参（Cu）

FAAS 法[23]

将标准参照物①及样品先于 80℃干燥至恒重，贮存于真空干燥器中备用。称取 0.500g 样品置于三角烧瓶中，加 4mL HNO_3 放置过夜。次日在砂浴电炉上加热约 30min，补加混酸（$HNO_3 + HClO_4 = 3 + 1$）4mL，继续消化至溶液由黄绿色转变为无色。小心蒸发至近干②，用 0.1mol/L HNO_3 定容至 10.0mL，摇匀待测③。

注：①标样推荐值 6.73mg/g，本法结果值为 6.32mg/g；

②样品消解时不能炭化，蒸干；

③此方法还可以用以测定 Fe。

枸橼酸铋钾胶囊（Bi）

分光光度法[22]

取枸橼酸铋钾胶囊内容物混合均匀，精密称取适量（相当于含 Bi 10mg），[22]分别加入 0.50mol/L HCl 10.0mL，1.50mol/L KI 20.0mL，以去离子水稀释 100mL。准确吸取上述溶液 1.0mL 按实验方法操作测定吸光度①。

注：①实验方法：于 10mL 比色管中，分别加入 0.50mol/L HCl 1.0mL，1.50mol/L　KI 2.0mL，再加入一定量的铋标准液，以去离子水稀至刻度，摇匀，在分光光度计上，于波长 460nm 处以试剂空白为参比，用 1cm 比色皿测定吸光度。

枸杞子（Li）

FAAS 法[25]

将枸杞子在 70℃鼓风干燥箱内烘干，磨细过 40 目筛。称取 1.000～3.000g 样品置于 30mL 瓷坩埚内，在可调电炉上炭化。当不冒烟时转入 550℃ 高温电阻炉内炭化 4h，如果灰化不完全可取出来冷却，加入 1mL HNO_3（1 + 1）润湿灰分，在电炉上烘干后继续在高温电阻炉内灰化 30min。用 5mL HNO_3（1 + 1）溶解灰分，并转入 50.0 容量瓶内，用水定容，摇匀后，过滤到塑料瓶内，待测。同时做空白溶液。

蜂龄胶囊（Se）

AFS 法[26]

样品的消化：取 10～20 粒蜂龄胶囊，将药品混合均匀后，称取 1.000～2.000g 样品，于 150mL 小烧杯中，加 9mL 浓 HNO_3 后盖上盖，放置过夜，再加入 4mL $HClO_4$，于调温电热板上加热，消化至棕色烟雾逸出，白色烟雾冒尽，冷却。同时作空白。在消化液中加入 2mL 浓 HCl，置 80℃水浴中加热 20min，取下，冷却，移入 50.0mL 容量瓶中，加 5mL 0.02mol/L EDTA 溶液，用 4mol/L HCl 溶液稀释至刻度，待测。

活血化瘀中草药（Se）

荧光光度法[27]

取未经泡制的中药材用清水洗净，再用去离子水洗三遍，在 60℃下烘干，粉碎，称取 5.0g 备用。

称取上述样品 2.000g 加入 $HNO_3 - HClO_4$ 10mL（去 Se）消化过夜。次日在电热板上加热消化至溶液呈浅黄色透明时，冷却，加 HCl 3mL，还原 Se^{6+} 成为 Se^{4+}，再加热到终点为止。用（1 + 1）氨水调节 pH 值为 1.5～2.0，加入 1mL 10% 盐酸羟胺溶液和 2mL 1% EDTA 二钠盐溶液。摇匀后静置 5min，再加入 2mL 0.1% DAN 放至沸水浴加热 5min，稍冷后将溶液移至 60mL 分液漏斗中，准确加入 5.0mL 环已烷振荡 3min，

静置分层后弃去水相，将有机相从擦干的分液漏斗上口转入 10mL 比色管中，用荧光分光光度计在激发波长 376nm，发射波长 520nm 处测量①。

注：①本方法适用于益母草、三棱、元胡、丹参、郁金、赤芍、川芎、鸡血藤、降香、红花、五灵脂、当归及其它活血化瘀的中草药。

海味龙散（呋喃西林）

紫外分光光度法[29]

称取海味龙散①3.000g（相当于呋喃西林 0.06g），置于 1000 mL 容量瓶中，加入水 900 mL，超声振荡 8min 至样品溶解②，冷却至室温，加水稀释至刻度，摇匀，精确吸取 10mL 样液于 100mL 棕色容量瓶中加水稀至刻度。于波长 378nm 处测定吸光度。

注：①由于呋喃西林溶液对光不稳定，故用棕色容量瓶盛装。

②超声波提取分别试验了 3、5、8、10min，结果证明呋喃西林在 5 ~ 10min 内能完全溶解，故用 8min。

黄岑（黄岑甙）

高压液相色谱法[30]

1）精密称取黄岑粉末（过 3 号筛）约 0.3g 若干份，以 70% 乙醇为溶剂，分别用超声波提取 10min、20min、30min，加热回流提取 3h 制备不同的样品溶液，用选定的色谱条件进行测定。

2）另一种提取方法，准确称取样品粉末 0.3g 于 100mL 容量瓶中，加 70% 乙醇 80mL，超声波提取 20min，用 70% 乙醇定容，摇匀，静置，准确取上层清液 1mL 置于 10.0mL 容量瓶中，用甲醇定容，微孔滤膜过滤 1mL 样品液，在已选定的色谱条件下测定，进样 10μl。

华佗再造丸、大活络丹、乌鸡白凤丸等 26 种中成药（Hg）

高压溶样、冷蒸汽 – AAS 法

称取样品 0.400g 于 25mL 聚四氟乙烯杯中，加混酸（$HNO_3 + H_2SO_4 + HClO_4 = 4 + 1 + 1$）4mL 后，加盖放置过夜。次日将聚四氟乙烯杯放在不锈钢压力消解器内，在烘箱（105 ~ 120℃）中加热 2h，取出放冷，置电热板上加热片刻，将消化液转入 50.0mL 容量瓶，用水稀释至刻度，混匀备用。取样品消解液 2.0mL，加入 0.01% 氯化亚锡 2mL，0.5% H_2SO_4 2mL，让其充分反应 20s，同时通入载气（Ar）100 mL/min将生成的 Hg 原子带入石英池，测其峰面积和分值，测定 Hg。

热痛灵注射液

分光光度法

准确吸取市售热痛灵注射液 1.00 mL 至 100 mL 容量瓶中，用溶剂（80% 乙醇）稀释至刻度，摇匀。准确吸取此溶液 0.25mL 至 25.0mL 容量瓶，用溶剂稀释至刻度，摇匀，待测①。

注：①此法还可用于测定扑热息痛及安替比林。

连翘（Cu、Fe、Zn、Mn、Ca、Mg、K、Sr、Co、Ni、Cr、Na、Mo、Ti、P、S、Sc）

ICP – AES 法[31]

将连翘在 60℃下干燥至恒重，然后称取 0.5000g 试样于锥形瓶中，加入 8mL HNO_3 和 2mL $HClO_4$ 浸泡过夜，加热溶解，蒸发至白烟冒尽，溶液近干，冷却加入少许 0.5mol/L HNO_3并加热至残渣溶解，冷却定容至 10.0ml，由此制得无色透明溶液，摇匀备用。

用此方法还测定了黄芪中 Cu、Zn、Mn、Fe、Ca、Mg、K、Na、Cr、Ti、Sr、Ba、Se、P、S、Al 等 16 个元素。与 AAS 实验值基本一致，结果令人满意。

本方法还以潞党参（国家一级标准物）作为质量控制，证明了方法的准确度。

六味地黄丸（As、Sb）

HG – AAS 法[32]

准确称取经烘干研磨后的样品约 0.5g，置于 25mL 聚四氟乙烯消解罐中，加 6mL HNO_3 – $HClO_4$ – H_2SO_4（4 + 1 + 1）混酸，加盖放置过夜，次日拧紧不锈钢外套于 110 ~ 120℃①烘箱中加热 4h，冷至室温后开启，置于电热板上加热至黄烟消失，冷却后将此消化液移入 50.0mL 容量瓶内，用 1.5%　HCl 稀至刻度，摇匀，待测。

注：①烘箱的温度不得超出 120℃，超过 140℃时，AS、Sb 会有损失。

片子癀（Cr、Pb、Cd）

GFASS 法[33]

称取片子癀、六味地黄丸粉末（粉碎过 40 目筛）各 0.200g，置于预先洗净的铂坩埚内。放入马弗炉，用磁舟将炉门隔一空隙，由低温升至 300℃保温 30min 后，继续升温至 500℃保温 1h，关紧炉门保持 2h，取出冷却后加入 1mL HNO_3（1 ÷ 1）加热溶解，待溶解完全后，加入少许水转入 10.0mL 容量瓶中，并稀至刻度摇匀，备用。取试样溶液 20.0μL 注入石墨管中，测定。

梅花鹿（Mg、La、Al、Fe、Ca、Ba、Ti、Mn、B、Mg、P、Sr、Cu、Zn、Si）

ICP – AES 法[34]

毛样：取鹿臀部和头部毛剪成 2cm 长，混合后取出部分毛样用 2%的洗涤剂浸泡 2h 后，用去离子水清洗三遍，再加丙酮浸泡 10min，反复搅拌依次用去离子水和超净水清洗 2 ~ 3 次。在 65℃ ~ 80℃下烘干。称取 100mg 干毛样置于 50mL 烧杯中，加入 HNO_3 + $HClO_4$ = 4 + 1 混酸 10mL，在 160℃的电热板上加热消解至透明溶液，再用水定容至 10.0mL 混匀待测。

血样：将抽取的鹿血通过离心分离出血清，取 0.5mL 血清置于已称重的石英杯中，在 80℃下烘干并称其干粉重，在低温灰化炉中进行 18h 的灰化。直至全部变成白灰，加 0.5mL HNO_3 和 0.5mL　HCl 溶解，然后加水定容至 5.0mL，搅匀用 ICP – AES 测定。

蚯蚓（Cu、Ni、Cr、Fe、Ca）

FAAS 法[2]

将新鲜的红蚯蚓洗去泥土，置于盛满水的烧杯中，常换水，24h 后，蚯蚓吐尽土，用蒸馏水冲洗后置烘箱中在 180℃烘 3 ~ 4h，成干蚯蚓后捣碎。取 0.5g 干蚯蚓粉，用 HNO_3，HNO_3 + $HClO_4$ 消化后用 0.1mol/L HNO_3 溶解。定容于 25mL 比色管中，同时作空白溶液。此溶液用火焰原子吸收法测定 Cu、Ni、Cr、Zn、Fe、Ca①②。

注：①测定 Cr 时，在标准和样品中均加入 20g/L 的硫酸氢钾作干扰抑制剂。

②测定 Ca 时，分别加入 10g/L　$SrCl_2$ 抑制 $HClO_4$ 对 Ca 的干扰。

参考文献

[1] 于建国. 现代实用仪器分析方法. 北京：中国林业出版社，1994：

[2] 冯松林，任闽秦，焉伶娜 . 分析实验室，1993，12（6）：69 ~ 72

[3] 李世芳，郑台，徐变珍．光谱学与光谱分析，1998，18（4）：496～499
[4] 于建国．现代实用仪器分析方法．北京：中国林业出版社，1994：62～63
[5] 于建国．现代实用仪器分析方法．北京：中国林业出版社，1994：63～64
[6] 杨光，郎惠云，杨德玉 等．分析化学，1998，26（9）：1105～1107
[7] 田金改，石上梅．微量元素研究进展（第一辑），北京：化学工业出版社，1995：128～129
[8] 张奇凤，彭珊珊，吴建宏．微量元素研究进展（第二辑），北京：万国学术出版社，1997：54～56
[9] 索有瑞，光谱学与光谱分析，1997，17（5）：103～107
[10] 谢永臻，弓振斌，杨成隆．第五届全国原子光谱分析学术报告会论文集 1996：183
[11] 叶毓琼，黄任元．分析实验室，1993，12（5）：70～72
[12] 刘先国，方会东，王评．光谱学与光谱分析，1997，17（5）：90～93
[13] 谭生建，曹晖，张光友．现代仪器使用与维修，1998，（1）：33～34
[14] 李凤，廖振环，丁健华．光谱学与光谱分析 20（1）58－60
[15] 余煜棉，莫胜筠．光谱学与光谱分析，1996，16（3）：93～98
[16] 商文新，顾永祚．分析实验室，1993，12（3）：22～24
[17] 郭忠先，黎明波，张淑云．光谱学与光谱分析，1998，18（2）：247～251
[18] 梁祈，陆惠文．光谱学与光谱分析，1996，16（5）：88～91
[19] 李梅，蔡宁，曹亚萍．塞曼火焰原子吸收光谱应用手册．北京：地质出版社，1996：390
[20] 张圈世，喻长远．微量元素研究进展（第二辑）．北京：万国学术出版社，1997：69～70
[21] 塞冬．世界元素医学，1997，4（3）：39～40
[22] 李东辉，贾云宏，丁杨栋 分析试验室 2002，21（增刊）：126－127
[23] 李梅，蔡宁，曹亚萍．塞曼火焰原子吸收光谱应用手册．北京：地质出版社，1996：161
[24] 田金改，石上梅．分析实验室，1993，12（4）：81～82
[25] 于建国．现代实用仪器分析方法．北京：中国林业出版社，1994：23～24
[26] 邹青 艾军 分析试验室，2002，21（增刊）：113－114
[27] 李娟，于惠芬．光谱学与光谱分析，1997，17（4）：110～112
[28] 邹青 艾军 分析试验室，2002，21（增刊）：113
[29] 陈培让，董燕平，王雁芬．现代仪器使用与维修，1998，（1）：27～29
[30] 吕萍，吕春光，宋平．现代仪器使用与维修，1997，（5）：44～46
[31] 顾永祚，邹德霜，张培勇。分析试验室，1995，14（2）：32～35
[32] 李施玲，杨成隆，周佩珊。分析试验室，1995，14（1）：11～13
[33] 田金改，石上梅，高天兵。分析试验室，1995，14（1）：63～65
[34] 中国无机分析化学文摘，1988，15（2）：65

第 9 章　食品微生物类

9.1　概述

食物本身一般不含有有害因素或含量极少不具有实际卫生意义。但食物从种植、饲养到收获或在生产、加工、储存、运输、销售的各个环节中，都可能出现有害因素，使食品的卫生质量或营养价值降低，丧失食品的可食性或对人体健康造成危害。特别是食品的生物性污染最为常见也最难控制。食品中污染的微生物绝大多数是非致病性微生物，多数能引起食品腐败，称为腐败菌，还有一些条件致病菌，包括正常菌群和非致病菌，还有少量病原微生物，污染食品后可引起食源性疾病，给人体健康带来危害。食品微生物检验的主要检测依据是中华人民共和国国家标准食品卫生检验方法微生物学部分（1994 年）和食品卫生标准（1995 年— 1999 年）中微生物指标所规定的项目及易污染的特殊微生物。在食品微生物检验中样品前处理直接关系到检测结果的准确性，不同性质的食品其前处理方法不尽相同，总的原则是无菌操作、均质或混匀后检测 。现将食品卫生微生物学检验中各类食品的前处理方法分别叙述如下。

9.2　肉与肉制品

肉与肉制品主要包括各种鲜、冻畜禽肉及其各类腌腊制品、熟肉制品、生灌肠制品和腌制品等加工品。健康食用牲畜的无损伤肉类内部是无微生物的，但暴露于自然环境中的内表面和切面常污染有来自土壤、空气、水、动物皮毛、粪便和从业人员所带的微生物。肉类污染的主要微生物有假单胞菌、金黄色葡萄球菌、微球菌、肠球菌、梭菌属、肠杆菌科细菌和肠道病毒，冷藏肉类易污染嗜冷微生物 如：李斯特氏菌、炭疽杆菌、布鲁氏菌、小肠结肠炎耶尔森氏菌等。

1、生肉及脏器检样的处理：先将检样进行表面消毒，可在沸水内烫或烧灼 3 ~ 5s，再用灭菌剪子剪取检样深层肌肉或脏器组织 25g，放入含有 225mL 灭菌生理盐水的容器中 ，以 8000 ~ 10000 r/min 均质 1min，作成（1 + 10）稀释液。

2、鲜、冻光禽检样处理：先将检样进行表面消毒，用灭菌剪子或刀去皮后，剪取肌肉 25g。放入含有 225mL 灭菌生理盐水的容器中 ，以 8000 ~ 10000 r/min 均质 1min，作成（1 + 10）稀释液。带毛野禽去毛后，同光禽检样的处理。

3、各类熟肉制品检样的处理：直接用灭菌剪子或刀取样 25g，放入含有 225mL 灭菌生理盐水的容器中 ，以 8000 ~ 10000 r/min 均质 1min，作成（1 + 10）稀释液。

4、灌肠、香肚等生灌肠检样的处理：先将生灌肠表面进行消毒，用灭菌剪子剪取内容物 25g。放入含有 225mL 灭菌生理盐水的容器中 ，以 8000 ~ 10000 r/min 均质 1min，作成（1 + 10）稀释液。

肉与肉制品卫生检验需做菌落总数、大肠菌群及致病菌（包括肠道致病菌及致病性球菌）。

9.3　乳与乳制品

乳与乳制品主要包括：生乳、消毒乳、酸乳、乳粉、炼乳、奶油、干酪和稀奶油等。

乳液含有多种营养成分，非常适宜于多种微生物生长繁殖。乳中微生物污染可来自乳畜的乳房内、挤乳过程中及挤乳后三方面。来自产乳动物的细菌有布鲁氏菌、牛棒状杆菌、放线菌等。来自外环境及粪便、乳业工人的微生物有假单胞菌、肠杆菌科细菌、结核分枝杆菌、葡萄球菌、链球菌、肠球菌、芽胞杆菌等。

1、鲜乳、酸乳检样处理：用无菌手续去除瓶口的纸罩和纸盖或拆开包件封口。用火焰消毒瓶口，用无菌手续从瓶内或包内吸取 25mL 或称取 25mg 检样。注入盛有 225mL 灭菌生理盐水的容器内，振摇均匀，

即为（1＋10）稀释液。

2、炼乳检样的处理：用温水洗清瓶罐表面，用点燃的棉球消毒瓶罐上表面。用灭菌的开罐器打开瓶罐面，用无菌手续吸取或称取 25mL 检样，注入盛有 225mL 灭菌生理盐水的容器内，振摇均匀，即为（1＋10）稀释液。

3、奶油检样的处理：用无菌手续拆开包装，取适量检样置于灭菌三角烧瓶内，在 45℃水浴或温箱内加温，融化后取出烧瓶，用灭菌吸管从中吸取 25mL 奶油，注入盛有 225mL 灭菌生理盐水的容器内，振摇均匀，即为（1＋10）稀释液。

4、乳粉检样的处理：罐装乳粉的开罐取样法同炼乳处理。袋装乳粉可用 75%酒精棉球擦拭消毒袋口后，用无菌手续开封取样。称取检样 25g，放入装有玻璃珠的灭菌三角烧瓶内，然后徐加入 225mL 温热的灭菌生理盐水徐徐加入，先加少许使乳粉调成糊状，再全部加入，免使结块，振摇均匀，使充分溶解后即为（1＋10）稀释液。

5、干酪（奶酪）检样的处理：先用灭菌刀削去表面封蜡，然后用点燃的酒精棉球消毒表面，再用灭菌刀切开干酪，用无菌手续切取表层和深层各少许，置于灭菌乳钵内研碎，加入少量生理盐水研成糊状。取处理后的样本 25g 置于盛有 225mL 灭菌生理盐水的容器内，振摇均匀，即为（1＋10）稀释液。

乳与乳制品卫生检验需做菌落总数、大肠菌群及致病菌（包括肠道致病菌及致病性球菌）。有些乳制品还需做霉菌及酵母总数及嗜热性细菌。

9.4 蛋与蛋制品

蛋与蛋制品主要包括：鲜蛋、冰蛋、干蛋（蛋粉）等加工品以及成蛋、皮蛋、冰蛋等再制品。

蛋内本应是无菌的，但由于蛋壳形成前经卵巢的污染、产卵时的污染和经蛋壳的污染等。蛋中污染的病原微生物主要是沙门氏菌。蛋壳表面的非病原微生物多为微球菌属和葡萄球菌属、棒状杆菌属等革兰氏阳性细菌。蛋壳内的菌群多为假单胞菌属，其余有产碱杆菌属、气单胞菌属、肠杆菌科细菌等革兰氏阴性杆菌。

1、鲜蛋外壳检样的处理：用灭菌生理盐水浸湿的棉拭充分擦拭，然后将棉拭放入培养基内增菌。也可将整只鲜蛋放入灭菌小烧杯内，按检验要求加入定量灭菌生理盐水或液体培养基，用灭菌棉拭在蛋壳表面充分擦洗后，以擦洗液作检验。

2、鲜蛋液检样的处理，将鲜蛋在流水下洗净。待干后用 75%酒精棉球消毒蛋壳。然后根据检验要求打开蛋壳，取出蛋白、蛋黄或全蛋液，均质均匀后待检。

3、冰全蛋、巴氏消毒冰全蛋、冰蛋白和冰蛋黄等检样的处理：将装有冰蛋检样的瓶浸泡于流动冷水中，使检样融化后取出，放入盛有玻璃珠的灭菌瓶内，充分摇匀待检验。

4、全蛋粉、巴氏消毒全蛋粉、蛋黄粉和蛋白片等检样的处理：将蛋粉、蛋片等检样放入盛有玻璃珠的灭菌瓶内。按比率加入灭菌生理盐水，充分摇匀后待检验。

蛋与蛋制品卫生检验需做菌落总数、大肠菌群及沙门氏菌，有时还需做霉菌。

9.5 水产食品

活鲜鱼组织内是无菌的，但由于鱼生活的水环境带菌，所以鱼的体表、鳃及消化道内部都有一定数量微生物存在，主要为原水生环境中的微生物。海鱼常带有假单胞菌、无色杆菌、黄杆菌以及某些嗜盐菌。淡水鱼带有假单胞菌、无色杆菌、产碱杆菌、气单胞菌等。由于鱼体组织特点，极适宜腐败菌生长繁殖，引起腐败变质。

1、鱼类检样的处理：采取背部肌肉为检样，先用流水冲净鱼体体表，去鳞，再用 75%酒精棉球擦净鱼背，待干后用灭菌刀在鱼背部沿脊椎切开 5cm，再切开两端，使两块背肌分别向两侧翻开。然后用灭菌

剪子剪取背肉 25g，加入盛有 225mL 灭菌生理盐水容器中，均质 1 分钟后 即为（1 + 10）稀释液。

2、虾类检样的处理：采取腹节内肌肉为检样，用流水冲净虾体，摘去头胸节，用无菌剪刀剪去头胸节与腹节连接处的肌肉，然后挤出腹节内的肌肉，称取 25g，加入盛有 225mL 灭菌生理盐水容器中，均质 1min 后 即为（1 + 10）稀释液。

3、蟹类检样的处理：采取胸部肌肉为检样，用流水冲净蟹体，剥去壳盖和腹脐，再去除鳃条，置流水下冲净，用 75%酒精棉球擦净前后体表，置灭菌搪瓷盘内待干。然后用灭菌剪子将蟹体剪开成左右两片，再用双手将一片蟹体的胸部肌肉挤出，称取 25g 置于 225mL 灭菌 生理盐水容器中，均质 1min 后 即为（1 + 10）稀释液。

4、贝类检样的处理：采取贝壳内整个内容物为检样，先用流水洗刷净贝壳，放在铺有灭菌毛巾的清洁搪瓷盘或工作台上，采样者双手洗净消毒后，用灭菌小刀从贝壳张口的缝隙处撬开外壳，再用灭菌镊子取出整个内容物，称取 25g 置于 225mL 灭菌 生理盐水容器中，均质 1min 后 即为（1 + 10）稀释液。

以上所述样品的采取和送检以及检样的处理，均以检验细菌含量为目的，如需检验致病菌，则应采取胃肠消化道、鳃、内脏等。

水产食品卫生检验培养温度为 30℃，需做菌落总数、大肠菌群、副溶血性弧菌和摩根变形杆菌，有些鱼靡制品和罐装水产品还需检验厌氧菌（产气荚膜梭菌）。

9.6　清凉饮料

清凉饮料包括冷冻食品和液体饮料。液体饮料有瓶装汽水、果味水、果子露、鲜果汁水、酸梅汤、可乐型饮料，冷冻食品包括冰淇淋、冰棍、食用冰块。该类食品在制作过程中由于原料、设备及容器消毒不彻底，容易造成各种微生物的污染和繁殖，引起食品腐败变质，严重者可能造成食物中毒及肠道传染病。

1、瓶装饮料：用点燃的酒精棉球烧瓶口灭菌，用石炭酸纱布盖好，塑料瓶口可用 75%酒精棉球擦拭灭菌，用灭菌开瓶器将盖启开，含有 CO_2 的饮料可倒入另一灭菌容器内，口勿盖紧，覆盖一灭菌纱布，轻轻摇荡。待气体全部逸出后，进行检验。

2、冰棍：用灭菌镊子除去包装纸，将冰棍部分放入灭菌磨口瓶内，木棒留在瓶外，盖上瓶盖，用力抽出木棒，或用灭菌剪子剪掉木棒，置于 45℃水浴内 30min，熔化后立即进行检验。

3、冰淇淋放在灭菌容器内，待其熔化，立即进行检验。

清凉饮料卫生检验需做菌落总数、大肠菌群和致病菌（肠道致病菌及致病性球菌）。检验时注意含 CO_2 饮料，一定要使 CO_2 气体完全逸出，否则易造成大肠菌群假阳性，酸性饮料可用 20%或 30%灭菌碳酸钠调 pH 至中性，再行检验。

9.7　调味品

调味品包括酱油、酱类和醋等以豆类为原料发酵而制成的食品。往往由于原料的污染及加工制作、运输中不注意卫生，可污染肠道细菌及需氧和厌氧芽抱杆菌。

1、瓶装酱油检样的处理：用点燃的酒精棉球烧瓶口灭菌，用石炭酸纱布盖好，再用灭菌开瓶器启开后吸取酱油 25mL，加入灭菌蒸馏水 225mL，制成悬浮液后进行检验。

2、酱类检样的处理：用无菌手续称取 25g，放入灭菌容器内，加入 225mL 蒸馏水，混匀后制成悬浮液进行检验。

3、食醋检样的处理：开启方法同瓶装酱油，首先取醋样本若干毫升于灭菌容器用 20% ~ 30%灭菌碳酸钠溶液调 pH 到中性。摇匀后进行检验。

调味品类卫生检验需做菌落总数、大肠菌群及致病菌（肠道致病菌）。食醋样品检验时一定要调 pH 至中性。

9.8 冷食菜、豆制品

冷食菜多为蔬菜类或加工后的熟肉制成的凉拌菜。豆制品是以大豆为原料而制成的含有大量蛋白质的食品。该类食品由于食品、炊事用具及操作人员的手等消毒不彻底，造成细菌的污染，极易造成食物中毒及肠道传染病的传播。

检样的处理：无菌操作称取 25g 检样，放入 225mL 灭菌蒸馏水，剪碎后制成悬浮液。

冷食菜、豆制品卫生检验需做菌落总数、大肠菌群及致病菌（肠道致病菌及致病性球菌）。

9.9 糖果、糕点、果脯

糖果、糕点和果脯等食品均为含糖的甜食品，其中糕点有的含牛乳、鸡蛋等营养丰富的成分，有的带馅糕点，如加热不彻底、包装纸盒不洁或无包装极易造成微生物污染。

检样的处理：糕点如为原包装，用灭菌镊子夹下包装纸，采取外部及中心部位。如为带馅糕点，取外皮及内馅 25g。奶花糕点采取奶花及糕点部分各一半共 25g。加入 225mL 灭菌生理盐水中，制成悬浮液。果脯可采取不同部位称取 25g 检样，加入灭菌生理盐水 225mL，制成悬浮液。糖果可用灭菌镊子夹下包装纸，称取数块共 25 g，加入预温至 45℃的灭菌生理盐水 225mL，待熔化后检验。

糖果、糕点、果脯卫生检验需做菌落总数、大肠菌群及致病菌（肠道致病菌及致病性球菌）。有些样品还需做霉菌和酵母菌总数。

9.10 酒类

酒类包括发酵酒中的啤酒、果汁酒、黄酒等。进行细菌检验的酒类主要是酒精度低的发酵酒，由于原料或加工过程中不注意卫生操作致使污染水、土壤及空气中的细菌进入酒类，尤其是散装生啤酒，因不经加热往往生存有大量细菌。

瓶装酒类检样的处理：用点燃的酒精棉球烧灼瓶口灭菌，用石炭酸纱布盖好，再用灭菌开瓶器将盖启开。含有二氧化碳的酒类可倒入另一灭菌容器内，口勿盖紧，覆盖一灭菌纱布，轻轻摇荡，待气体全部逸出后，进行检验。散装酒类可直接吸取，进行检验。

发酵酒卫生检验需做菌落总数、大肠菌群检验，不做致病菌检验，汽酒需做肠道致病菌检验。生啤酒只做大肠菌群检验。

第 10 章　微波消解技术

10.1　概述

20 世纪 70 年代末，世界一些科学家开始注意到微波电磁辐射对不同的物质所产生的偶极转动、电子和离子的迁移现象，对增进化学反应产生了较大的影响。并且进行了一些研究，由于当时没有适合的设备，对微波与不同样品之间如何相互作用缺乏认识和了解，因此，起初的微波加热和干燥技术在分析化学中的应用进行得十分缓慢。

量子力学理论较难从分子级和原子级对微波辐射频率增进化学反应机理进行陈述。密闭电磁场的场强分布、叠加、谐振都取决于随机概率。没有实验支持的任何描述都是基于假设，更不用说进行量化或定量研究。然而微波有一重要特性，即能穿透一些介质，直接把能量辐射作用到反应物上，使之极性分子每秒产生二十五亿次以上的分子旋转和碰撞。迅速提高反应物的温度，激发分子高速的旋转和振动，处于反应的准备状态或亚稳态，促使进一步电离或氧化还原反应的发生。

微波能量传递方式比传统的传导加热方式有令人振奋的区别，不仅加热速度快，且量化地为反应提供精确能量。早期的研究引起了世界一些化学家们的兴趣。因电热板、热对流炉和火焰加热，调节响应能力滞后，只能在反应器中进行粗略的控制。无法想象通过热传导方式进行精确反应控制。微波的到来给快速精确的能量传递和控制带来可能性，如果又能找出辐射能和反应量化的关系，实现精确化学动力学研究就会提高到一个新的境界。并为控制和模拟化学反应动力过程，优化工艺条件奠定量化分析的基础。

研究制样的酸与微波之间的相互作用与样品溶解的关系，还仍然是一种纯经验的结果，早期的微波化学研究，一直希望找到微波功率、辐射时间和反应的直接关系，这种尝试理论上是可行的，但实践上是失败的。研究表明由部分微波能受腔体构造及样品溶液的反射功率特性的影响，不能全部被样品所吸收，不仅反应物吸收微波取决于随机概率，而且磁控管的功率输出受反射波谐振的影响而缺乏稳定，加上微波场强的不均匀性，反应结果很难达到确定的规律，事实证明，试图通过微波功率和时间来控制反应达到稳定和一致的精确结果，在硬件和操作上是很难实现的。即使由化学家提出的低功率聚焦微波技术也近乎于一种主观理想，聚焦从量子力学理论很难解释清楚。其反应的重复性和确定性在理论上受到许多的疑问。应该说微波化学还处在应用研究阶段，其理论基础受制于客观条件难以完善。

基本研究方法和要求在样品前处理的微波分解应用方面，不测量温度和压力，就无法研究这个过程中存在的简化热力学规律。应用于实际测量，使分析化学家们增加实践知识，从而推广应用于特殊样品基体。从开始的尝试建立功率/反应结果的直接量化关系，转变成现在的建立热力学参数反应结果的量化关系。通过研究反应的微波化学热力学规律，寻找高效、重现性及安全性方法。连续地实时监测温度有助于加深对基体组分分解的认识，使人们以量化探索分解机理，并把一般制样方法应用于不同类型的样品制备。使微波溶样技术广泛应用于分析领域，提高现代分析仪器的效率。在此基础上发展更多应用如：消解、萃取、蛋白水解和有机合成反应等。

目前已取得大量科研成果的微波化学应用研究如分子合成、辅助生产新材料、改进生产工艺。在美国的某些实验室里主要是采用反推法，即通过测试、比较、统计不同微波化学热力学条件下的反应的结果，如产出率、形态分析、新生成物等来反推微波在化学反应中对原子级或分子级所可能的作用和机理，当然反推法是建立在统计学和严格的热力学监测和功率控制的基础上的。其理论基础涉及到电子学、控制论、概率论、经典物理学、量子力学、化学动力学、热力学、电磁辐射和介质材料等学科。基本的微波化学应用技术受制于以下硬件技术的水平和完善程度：(1) 微波输出功率控制和调节。(2) 微波发射主频率控制和调节。(3) 化学反应的温度监测和控制。(4) 化学反应的压力监测和控制。

硬件技术的进步自20世纪70年代末推出了世界上第一套实验室微波样品处理系统（美国CEM）以来，其经典的根据监视反应罐的温度/压力反馈信号，通过开关磁控管功率发射而控制反应的剧烈程度的思想方法，就已奠定了微波化学精确控制的雏形。二十多年的发展，在各个方面都取得了长足的进步。但微波化学主导设计思想本质上至今未变。受极强电磁干扰，监控传输和控制热力参数的技术一直难以达到理想效果。化学反应瞬时变化万千，为了达到反应预期目标和保障安全，需要可靠的控制手段监控反应。在电磁辐射下的所有微电信号反馈控制技术的实践都非常困难。而且开始的微波技术常常发现磁控管寿命短、功率下降，稳定性差，第一级微波泄漏概率大，其原因是没有解决反射微波的技术。用陶瓷底板防护时底部发热无法连续工作。用双磁控管轮开也无法根本解决问题。

微波的发展，借助于许多高科技技术的推动，如雷达技术的进步、保护电子通讯和控制系统在电磁干扰下的正常运行，成功地杜绝了对各种电磁辐射的屏蔽。微波化学进步主要得益于此技术成果，采用军事电磁屏蔽和发射控制的技术，使其在微波化学反应控制上取得了突破性的进步。其新技术应用包括（1）非金属结晶体单向屏蔽（2）假负载电磁转化终端循环技术（3）主CPU芯片计算处理速率（4）感应电荷的电路补偿，由此提高了微波发射和控制系统的硬件安全性和可靠性。

当今微波仪器的发展的特点有：(1) 能够屏蔽微电路信号的传输，确保仪器的正常运行。(2) 能吸收腔内多余的微波能，使之转化成安全热态，可空负载开机，且机器不损坏。(3) 排除第一级反射波造成磁控管和关键电子部件损坏，功率输出持久一致。(4) 杜绝第二级微波泄漏对人员伤害的可能性。

今天闭环系统可直接自动连续调整磁控管的功率输出，控制反应的热力学数据。预先设定反应控制温度/压力，按曲线斜率进行，并且可在反应过程中转换控制方式，真正量化操纵反应动态。由于电子技术的运算速度和控制软件技术的提高，不仅现在能够控制功率的变化，而且已出现了能够控制微波发射频率变化的新型微波化学仪器。微波化学仪器发展到现在的重要特点是：智能化、自动化和连续在线等技术的实现，可以说实现了起初科学人员对精确应用微波于化学反应控制和动力学机理研究的梦想。

由于微波消解技术具有高速、高效、节能省人力和物力等优势，是目前所采用的其它样品消解方法无法比拟的，使用微波消解样品是“实验室的又一次新的革命”。

实验室分析相对于其它领域来讲还是发展的领域，它已经历的首次革命是将仪器分析的广泛应用所带来的一系列变革：光学、电学、色谱、质谱、能谱仪等技术引进，使实验室的工作从量到质都呈现了前所未有的景象。目前，在实验室分析工作中最薄弱和最需要变革的方面恐怕是样品的预处理，尤其是样品消解的落后已严重阻碍了实验室分析工作的发展，同时，影响了实验室仪器设备作用的发挥。而样品的预处理和消解技术的落后的症结就在于加热模式的落后。长期以来的实验和探索，也产生了一些新的样品消解方法，如密闭压力消解、等离子体灰化及氧弹灰化等技术，就加热技术来说，虽也在不断的改进，新的设备也在不断的发展，但其最基本的加热模式：间接加热这个核心始终无法突破，不论什么设备加热，总摆脱不了的加热模式，即热源→器皿→酸（碱）液→样品。因而能量交换过程中热能有损失。热能的辐射的损失远远超过了所能有效利用的部分，另外，这一转换机制使样品受热的速率和效率不可避免地缓慢。尤其是要达到均匀受热（指样品内外，分子内外）就需要更长的时间。因而国内外的实验室分析者希望样品消解技术发生革命。

长期以来，人们总是将样品与酸混合并在敞开的容器中通过火焰或在电加热板上加热进行消解。在19世纪60年代，由Carius发现将样品与酸放在密封的玻璃管中加热，可以在这种“加压”容器内得到比在空气中敞口容器内还要高的酸的温度。在更高温度下，样品消解的更好、更快。随着时间的迁移，在20世纪70年代，将微波技术引入消解样品，并被证实是一种更好、更快的消解样品的方法。微波能致热主要是通过激活一些分子键（称“偶极子转动”）和离子传导。然后分子反弹，相互碰撞产生热量。当使用一些容器（如玻璃或特氟隆等），这样微波能量可以不被吸收的传递，样品和酸的混合物通常几乎是立即被加热，其消解模式比传统的消解模式更快、更可靠等优点。虽然应用的时间还很短，但已显示出其与

传统加热技术完全不同的特性，它的应用给实验室分析工作的效率和效益是非常令人鼓舞的。随着新兴的微波化学的迅速崛起，不仅促成了实验化学和样品前处理技术变革，如：微波消解、萃取、蛋白水解、灰化等。而且开拓了科研应用，如：分子合成、微波模拟化学，石化反应中试，有机合成，制造新材料，如：控制微波能量剥掉甲烷分子中的氢原子而得到石墨或钻石薄膜等。微波仪器已成为用于研究化学反应动力学和机理的重要新手段。

因电热板、热对流炉和火焰加热，可调节响应能力滞后，只能在反应器中进行粗放的控制。微波能量传递方式比传统的传导加热方式有显著的区别，人们希望微波不仅进行快速加热，且可量化地为反应提供精确能量控制。从而实现快速精确化学过程动力学控制 。

利用微波加热具有均匀、选择性高和易控制等特点，对无机、有机物的水解可期望得到更理想的效果。

微波加热用于水分的快速挥发，测定样品中水分的含量或进行溶液的快速浓缩有其非常明显的优势。尤其对某些低熔点、低燃点、易结块样品中水分测定更为有效。其耗时一般为 10～20min，为常规方法的 1/6～1/10，耗电为常规的 1/20 左右。采用微波加热挥发有机溶剂，如乙醇等，还可避免常规法中局部过热引燃样品的弊病。

微波加热对样品进行炭化后的电阻炉灰化，测定样品的灰分、重金属含量。测定结果与常规标准方法完全相符，而耗时仅为常规标准方法的 1/10 左右，在炭化后的样品疏松均匀，更利于后续的灰化。

用以测定样品中重金属元素为目的的样品消解。样品加强酸及氧化剂经微波消解后制备的分析样品溶液，可应用于原子吸收光谱法、原子荧光光谱法、电感耦合等离子体发射光谱法、分光光度法、化学法及电化学法等测定。其特点是一次消解可满足多种元素的测定，即使样品中存在有高温元素、低温元素和易挥发元素均可在一次消解中完成。在利用微波消解一些样品（如鱼类、肉类、粮食类、奶制品、蔬菜类等）时，应用原子吸收光谱法、原子荧光光谱法及化学法等方法测定 Pb、Hg、As、Cd、Cu 等元素，其回收率范围在 92.5%～110.5%，精密度（CV%）在 0.51～10.00%之间，样品量为 0.20～0.5g 时，耗酸 3～10mL，耗时 5～180min。耗酸量、耗时、耗电量分别为电加热消解法的 1/6、1/14、1/112。特别对于易挥发元素汞的测定，解决了电热消解需要采用长时间的回流消解法，而微波消解仅需要 20～30min，回收率 93.3～104%，在目前还没有一种消解技术可以与微波消解技术完全妣美。

用以测定样品中非金属元素为目的样品消解。样品加强酸、氧化剂及其它试剂经微波消解后制备样品溶液，应用定氮仪、二氧化硫测定仪、离子计等分析仪器和化学 法可测定样品中蛋白质、硫、磷及其它的非金属元素。用微波消解可更有效地防止非金属元素的遗失。

用以测定作水环境样品化学需氧量（COD）或生物需氧量（BOD）为目的的样品消解。

综上所述，从其有限的应用实践中已不难窥见微波技术应用有其深厚潜力和广阔前景。这一技术的大范围应用必然带来实验室的又一次的技术革命。

在此我们仅就微波化学的理论方法、技术特点、应用、以及设备类型进行简单的分类介绍，希望增进读者的了解[1]。

10.2 微波消解样品的基本原理

10.2.1 微波与物质的相互作用

微波是一种电磁能形式。这种形式的能量具有交替电场及磁场（或是电波及磁波），以大约300，000 km/sec 的光速进行，见图 10－1。微波频率通常设定为 300～300 ,000MH_Z，亦即在点场及磁场中每秒完成 3 亿到 3 ,000 亿周期的波动。

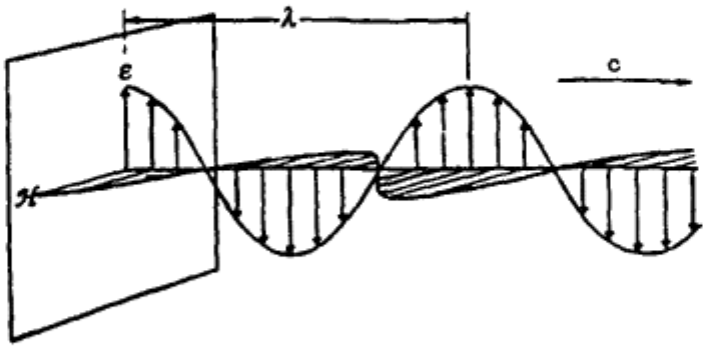


图 10－1　微波示意图

图中：ε－电场，H－磁场，λ－波长 2450 MH_z 时为 12.2cm，C－光速 300，00 km/sec

微波是介于远红外线和无线电波之间的电磁辐射见图 10－2。一般实验室微波炉装置中使用的微波波长在 1mm－100cm 之间，微波频率为 2450 MH_Z，其波长为 12.2cm（约 5 英寸）。微波能是非电离辐射（指在使用的功率上），具有导致分子（粒子）运动能力，微波能不引起分子结构变化等特点。微波能与其它电磁能的关系见表 10－1，常见化学键类型与化学键的关系见表 10－2。

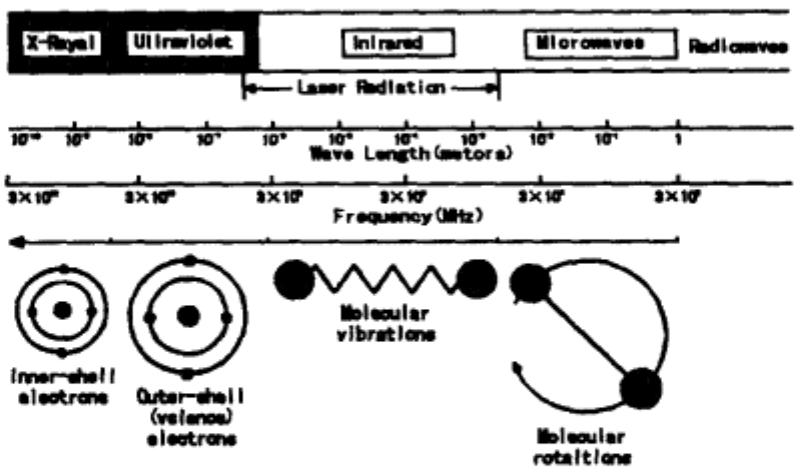


图 10－2　电磁波谱

表 10－1　微波能与其它电磁能比较

辐射类型	特征频率（MH_Z）	量子能量（eV）
γ－ 射线	3.0×10^{14}	1.24×10^{6}
χ－ 射线	3.0×10^{13}	1.24×10^{5}
紫外线	1.0×10^{9}	4.1
可见光	6.0×10^{8}	2.5
红外线	3.0×10^{6}	0.012
微　波	2450	0.0016
无线电波	1	4×10^{9}

表 10－2　化学键类型与化学键的关系

化学键类型	化学键能（eV）
H－OH	4.5
$H-CH_3$	4.5
$H-NHCH_3$	4.0
H_3C-CH_3	3.8
$Ph-CH_3-COOH$	2.4
$2H_2O$	0.21

物质吸收微波能后，其温度会升高。加热速率视加热物质的介电损失因数而定。介电损失因数表示一物质在一定温度下吸收某一频率的微波能力。“损失”一词，指输给的微波能由于转换成热能而在样品中失去的能量。能量被物质吸收的关系式：

$$\text{ten}\,\delta = \varepsilon / \varepsilon o \quad \cdots\cdots\cdots\cdots\cdots\cdots \quad (1)$$

式中：ten δ－消耗系数，ε－介质损耗或“损耗”因素，εo－介质常数。

微波能穿透样品时，样品依其介电损失因数决定其吸收能量的速率和微波能穿透物质的消耗系数见表 10－3。微波能对于透明的物质（如真空），其穿透距离是无限的；对于会反射微波的物质（如金属），穿透距离则为零；对于会吸收微波的物质（如水），穿透距离则是有限的见图 10－3。样品的介电损失因数愈大，微波能的穿透能力愈弱，因为当微波深入样品时，会因样品的吸收而减弱。微波与材料的相互作用见图 10－4。

表 10－3　微波能穿透物质的消耗系数

物　质	消耗系数（10^4）
特氟隆 PFA	1.5
聚丙烯	2.0
聚乙烯	3.0
陶　瓷	6－50
硼硅酸盐玻璃	10.0
水	1570
0.1mol/L NaCl	2400
0.5mol/L NaCl	6250

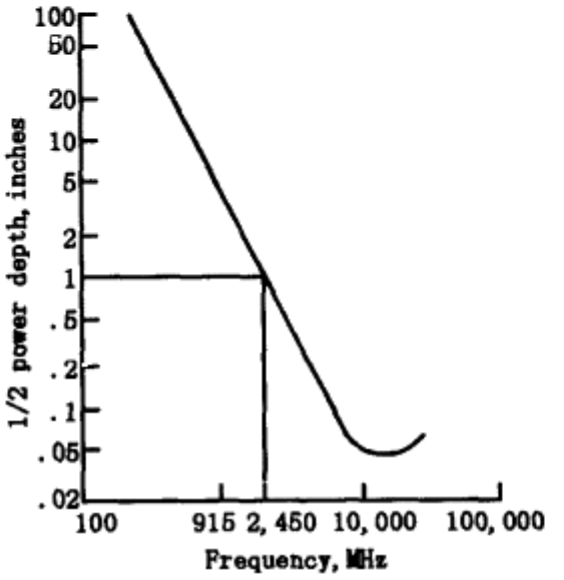


图 10－3　微波穿透 25℃水频率变化示意图

科学家发现自然界的物质与微波的相互作用可大致分为三类形式（图 10－4）：

1）　导体　　反射：金属反射微波能，并不被加热

2）　绝缘体　　透射：许多材料透射微波能并且不被加热，可制成良好的绝缘体

3) 电介质  吸收：这些材料吸收微波能并加热

图 10－4 微波与材料的相互作用示意图

因电热板、热对流炉和火焰加热，可调节响应能力滞后，只能在反应器中进行粗放的控制。微波能量传递方式比传统的传导加热方式有明显的区别，实验希望微波不仅进行快速加热，且可在反应时提供精确能量控制。从而实现快速精确化学过程动力学控制 。

10.2.2 液体吸收微波的方式

偶极转动（Dipole Rotation）：吸收分子（如水或酸类）的永久电偶极会因微波电场的感应而转动（见图 10－5 a、b、c）

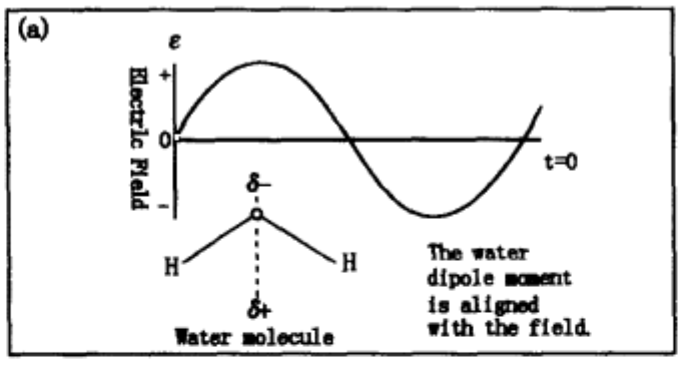


图 a 水分子的偶极矩依电场取向

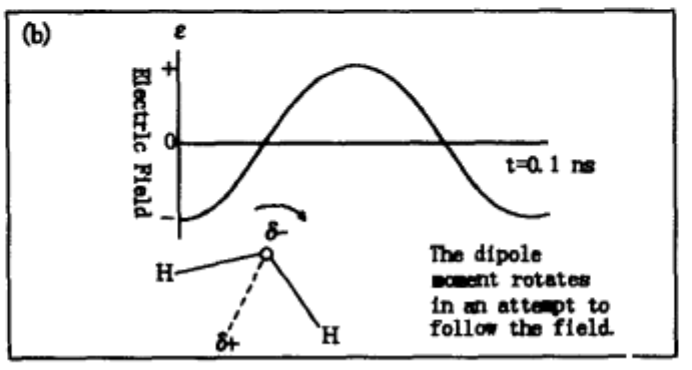


图 b 水分子的偶极矩随着电场旋转

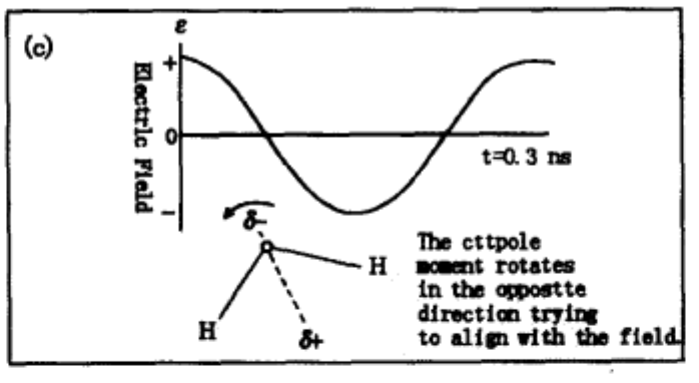


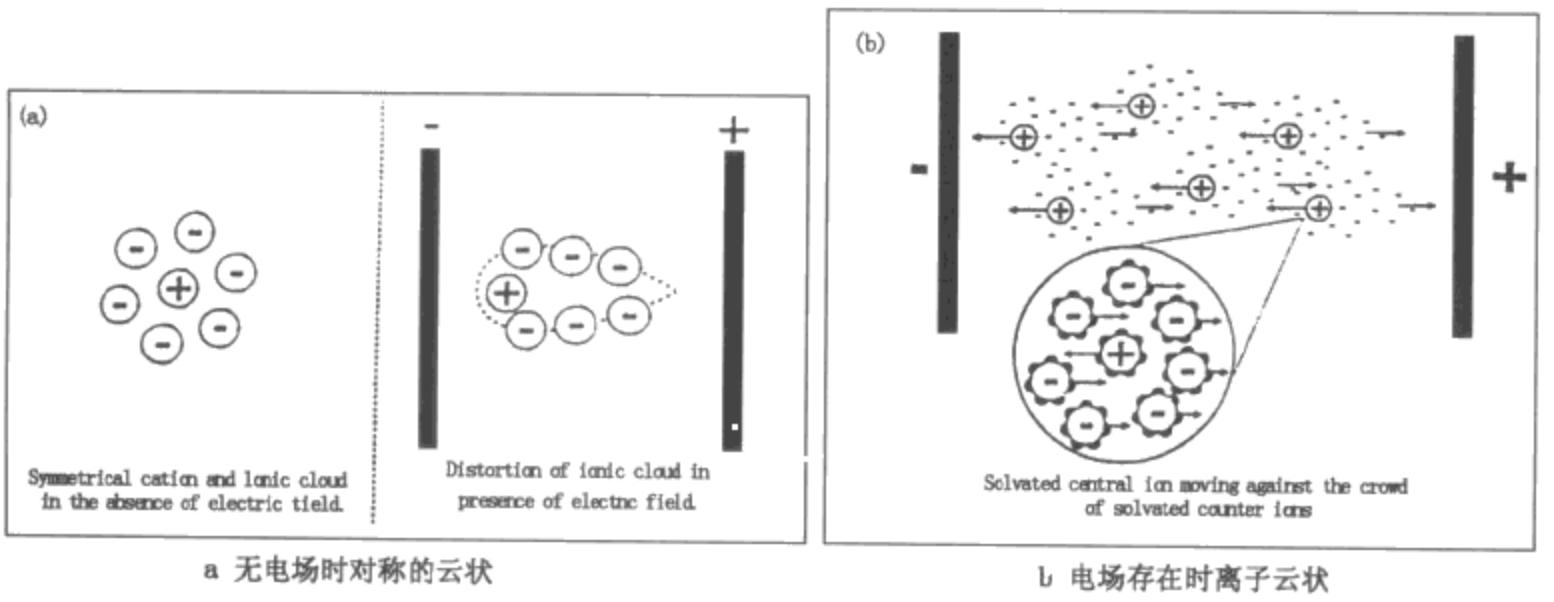
图 c 水分子的偶极矩反向转动与电场取向一致

图 10－5 偶极转动、微波电场与水分子的相互作用的示意图

这种偶极转动引起整个分子旋转，直到它与邻近的分子相撞为止。这样撞击提高了液体的动能，因而也提高液体的温度。微波电场每秒变更正负信号（即振荡）数十亿次，导致每秒产生许多碰撞，因而迅速地使液体加热。偶极转动速率与液体的粘度有关系。液体加热时，它的粘度通常会降低，影响其微波能吸

收的速率。

离子导电（Ionic Conductannce）：当离子在无电场时，物质的阳离子和阴离子是对称的云状，加入电场后，离子云就要变形，见图 10－6，因而产生了不对称效应。如无机酸的液体因含有溶解的离子，所以可传导电流。这些离子会因微波场的存在而在液体中迁移，该想象称为电游效应。由于水合离子（Solvated Ions）迁移也会引起与邻近分子的撞击，因而提高液体的动能，致使得液体的温度也随之升高。微波电场每秒变更正负信号（即振荡）数十亿次，导致离子每秒变更其迁移方向数十亿次。



a 无电场时对称的云状　　b 电场存在时离子云状

图 10－6　离子传导示意图

液体可同时以上述两种方式加热，每一方式的贡献百分比视离子的浓度及其等值导电度而定。如果离子浓度低，那么样品加热将主要以偶极转动的方式吸收微波能。

由于微波波长较长，微波能可以穿透入液体相当程度的距离，因此，它可以引起液体整个的加热而不是仅有表面加热，见图 10－7。

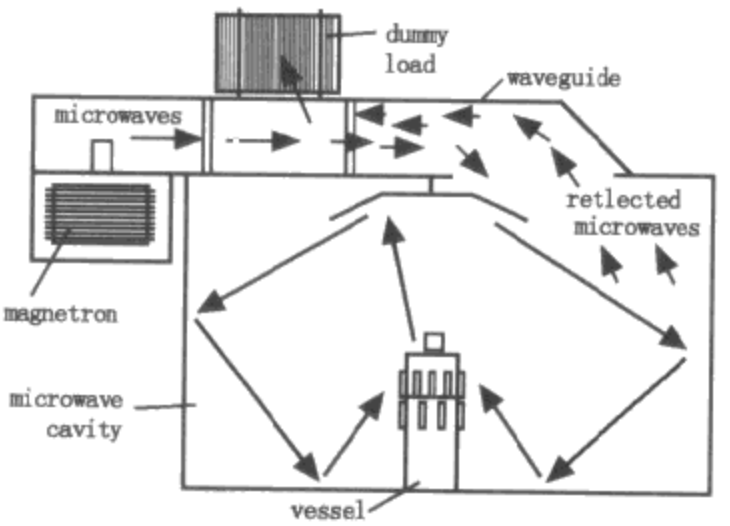


图 10－7　微波加热样品示意图

纯水的加热速率可说明微波加热如何达到高的速率与效率。在这个例子里，我们假设水是盛放在一容器里，而此容器置于有少许空气循环的微波腔中，微波加热纯水功率方程如下：

$$P_{吸收} = \frac{C_P * M * \Delta T}{t} - L \cdots\cdots\cdots\cdots\cdots (2)$$

其中，$P_{吸收}$：所吸收的功率，卡/s；

Cp：水在恒压下的热容量，卡/g ℃；

M：加热的水的质量，g；

ΔT：加热期间上升的温度，℃（最后温度减最初温度）；

T：加热时间，s；

L：对流、传导及辐射而损失的热。

在大部分情况里，热损失可以忽略，然而，容器形态以及经微波腔的气流，则对热损失有明显的影响，如果加热不同的液体，在公式（2）中务必使用该种液体的热容器值。

如果在2450 MH_Z下操作的微波系统，假设水吸收了600功率（143.3卡/秒），则功率公式（2）中上升的温度为：

$$\Delta T = \frac{143.3\ t}{C_P * M} \cdots\cdots\cdots\cdots\cdots (3)$$

对于100g的水来说，如果最初的温度是20℃，经过加热300s后，温度就会增加43℃，必须强调的是此功率方程式仅对被吸收的微波能成立。微波加热装置通常提供600～700W的功率，相当于8500～10000卡/min。如果这个功率应用于不吸收微波能的样品（如四氯化碳、C_6H_6），即无加热效果。此例中很显然地所吸收的功率为零。表10－4列出部分物质的偶极矩。

表10－4　部分物质的偶极矩

物　质	偶极矩	物　质	偶极矩
CCl_4	0	C_6H_6	0
CO	0.10	HCl	1.08
H_2S	1.10	C_3H_8O	1.66
HF	1.82	H_2O	1.85
CH_3Cl	1.87	HNO_3	2.17
HCN	2.93	$C_6H_5NO_3$	4.23
CsF	7.87		

10.2.3　固体吸收微波的方式

如果微波电场可穿透一固体物质，它有时可以使物质中的电子受微波电场影响而后发生迁移现象。这种电子迁移受到吸收固体中每一个分子或原子四周的电荷分布而受阻。

这种因微波场使电子移动而产生加热的想象，与一简单电路中因电阻而产生热的情况相类似。不会因微波而产生热的物质包括：碳黑、碳化硅及某些型态的玻璃等。

10.2.4　各种消解样品方法的比较：

各种消解样品方法详见表10－5。

10－5　各种消解样品方法的比较

方　法	优　　点	缺　　点
电热板	(1) 普遍采用的消解方法。 (2) 样品的多寡无限制。 (3) 简单。 (4) 容易添加试剂和样品。 (5) 易于监视。 (6) 价格低廉。	(1) 加热板消化样品较慢。 (2) 消化过程中的酸易带入微量杂质。 (3) 有些酸（盐酸等）加热时会减弱作用。 (4) 挥发性元素（汞等）在消化时易失。 (5) 时时观察过程避免蒸干。 (6) 酸性气体对人员健康有危害。 (7) 试剂消耗量大。 (8) 样品可能被空气中飘浮的微粒污染。 (9) 有时微量金属会从容器（玻璃）中渗出。 (10) $HClO_4$ 处理不当时可能产生爆炸。
密封容器	(1) 在外套不锈钢的密封容器中，高压罐消化温度可达约 300℃。 (2) 分解的产物仍留在容器中，所以能减少酸的分解。 (3) 酸液不会蒸发或失去。 (4) 酸性气体不会逸出容器外。 (5) 挥发性元素保留在样品溶液里。 (6) 只需较少的定时观察。 (7) 没有外环境因素污染样品。 (8) 微量金属不会从 PTFE 渗出。	(1) 高压下的消化样品，适用样品约 0.1 ~ 0.2g。 (2) 压力釜（Pressure Bomb）消化速度缓慢。 (3) 如果超过器皿的限压片破了，样品会随酸一同逸出。 (4) 装配及清洗消化容器极为费时。 (5) 外套不锈钢比 PTFE 较贵。 (6) 压力釜中的反应过程，在开启容器前，无法观察。
熔融（Fusion）	(1) 消化样品速度相比较快。 (2) 用于电热板无法消化的样品，所产生的残留物常可迅速溶解于硝酸中 (3) 简单。 (4) 不需经常监视。	(1) 可能有严重的污染，一般来自助熔剂的盐类非高纯度。 (2) 样品溶液中的高盐浓度，可能阻塞火焰式原子吸收光谱仪的燃烧头。 (3) 由于样品中出现高盐浓度，所以不易进行背景校正。 (4) 由于熔融点在 400 ~ 1000℃之间，所以挥发性元素会损失。 (5) 所用容器比较贵（白金坩锅、石墨），且耗电。
干式灰化	(1) 可用来处理不适于融解并需要长期压力消化的样品。 (2) 样品大小无限制。 (3) 简单。 (4) 不需经常监视。	(1) 灰化温度高达 1000℃，挥发性元素会损失。 (2) 灰化速度缓慢，约 1 ~ 2h。 (3) 样品污染可能很严重。 (4) 灰化需大功率，耗电。

方　法	优　　点	缺　　点
其它样品消解方法	(1) 燃烧釜（Combustion bomb） 可用于某些可迅速燃烧的样品，以取代干式灰化处理，样品放在以用氧气加压的密封金属容器内燃烧。 (2) 电化学法 可用于多种金属，以电解氧化金属而形成可溶解的离子。 (3) 电浆灰化（Plasma Ashing） 这种技术属于干式灰化的一种方法。这用于有机物样品。它并不用高温炉灰化而是电浆灰化器，在室温或接近室温的条件下进行样品灰化。所用的电浆系由无线电波产生。样品放在低压室中，用一般气体流过它。无线电波打破气体流中的氧分子，使形成游离的氧自由基。氧自由基有极高的反应能力，能迅速与样品中的有机质反应。反应后留下的灰份，随后用酸溶解以供分析。	
微波消化	(1) 与加热板消解相效率比提高 4 ~ 100 倍。 (2) 消化温度可达 270℃。 (3) 用于消化酸类不会因为其活性成分的蒸发而降低或失去强度。 (4) 可以消除环境等导致的污染。 (5) 挥发性元素不会损失。 (6) 由于智能化，对人无危害。 (7) 在许多消化程序中可避免使用高氯酸。 (8) Teflon PFA 消化罐为半透明的材质，可以观察反应过程。	(1) 此方法为发展中技术，尚未十分完善。 (2) 装配及清洗消化管较为费时。 (3) 某些元素（氯、锇等）在高压会渗入 Teflon 容器中。 (4) 对于难熔性无机、有机样品有时则需在石英容器中进行消化。或改为熔融或灰化方式。 (5) 用样量较少，一般在 0.1 ~ 0.5g（有机），0.5 ~ 1.0g（无机）。 (6) 整个微波系统价格较贵。

10.3　微波消解装置

10.3.1　密闭微波化学仪器技术级别和分类

大多数定量分析技术需要样品以液体状态进行。取样和前处理所耗的时间及费用已占实验室分析全过程投资的 2/3 之多。人们在通风橱中用浓酸在电热板上分解样品，不仅时间长、劳动强度大，而且对实验室人员的健康有潜在的危害，长期接触有机溶剂和酸性物质会严重损伤嗅觉神经甚至脑神经系统等。因此，对微波密闭溶样技术有巨大的和由衷的渴求，促成了微波化学制造业的迅猛发展。

从控制水平上对现有的微波产品进行分类陈述大致可分为初级、中级、高级型三类产品。

1）初级型产品

性能特点(1) 无可靠的温度/压力的传感技术；

(2) 无实时温度和压力的监测和显示；

(3) 无自动微波功率控制。

程序设定——简单的固定功率和时间模式

原始的开环线性控制运行模式

程序输入系统→固定微波磁控管功率/时间输出→化学热力反应

其微波发生装置与家用微波炉的磁控管一样属简单固定功率方式，其微波的辐射只能按照设定的固定功率/时间进行反应辅助，由于其基础是开环模式，没有控制反馈过程不能把握反应的情形，反应始终是在盲目的条件下进行的，操作人员只能通过反应结果对其方法进行评估，使得操作方法的改善非常困难，

所有的安全保护只能全部依赖压力罐的自动超压释放机制上，对操作人员的安全有非常大的隐患。目前在国外市场几乎已经淘汰。

系统评价：技术上除了改变外观、通风和防腐处理以外，与家用微波炉并没有本质的提高。改装型产品大致都属于这种控制模式。其程序控制键盘和显示往往与主机分开，操作时只有简单的功率/时间设定，因为不能彻底屏蔽，一般都不装监测系统。通过高压罐的盖帽设计自动排气功能，以保证其超压反应的安全性。优点是工艺简单、无程序操作、无须更换防爆膜。缺点是高压罐安装操作复杂，且挥发性元素易于丢失。且把整个安全保障全都压在释放机制上。

2）升级型中级产品

性能特点(1) 无可靠的温度/压力的传感技术；

(2) 有简单的温度和压力的监测和显示；

(3) 无温压反馈自动微波功率控制。

程序设定——人工设定功率/时间模式和压力限定等

改进的开环线性控制运行模式

程序输入系统→固定磁控管功率/时间输出→化学热力反应→检测和显示系统

此模式是对上一模式的改进，其微波发生装置与家用微波炉的磁控管一样属简单固定功率方式。微波的辐射依然是按照设定的固定功率/时间进行反应辅助，如果检测系统可靠，可阶段性、非连续的显示反应的温度和压力情况，通过“开关”磁控管进行反应控制。但其基础依然是开环模式，没有实时的过程控制。操作人员只能有限的把握反应的情形，其安全性依然过分依赖于机器的硬件。如容器和坚固的外壳。

系统评价：此类产品为屏蔽信号传输，其主机一般和电脑系统分开，不能连续进行温度压力参数显示。如果配置齐全系统，可显示设定固定功率/时间，温度/压力限值。其最大检测范围往往非常低，压力不超过 350psi，温度不超过 200℃。只能检测温度和压力的数据，不对产生的温度和压力进行控制。操作人员只通过观察监测数据知道在固定功率/时间模式下，大致的化学反应温度/压力的剧烈程度，任然不具备控制功能。

3）智能型高级产品

性能特点(1) 采用专业型变频磁控管自动改变发射功率；

(2) 有温压反馈的智能微波变频功率控制；

(3) 有可靠的温度/压力的传感技术；

(4) 有温度和压力的监测和显示；

(5) 有自动温度压力控制方式转换

程序设定：自动调整精确的温度/压力和 Ramp 多步模式，

高频闭环反馈运行模式：是目前所设计出来最合理和成功的运行模式。其原理是基于改变微波对密闭反应的辐射强度，调整和控制其反应的剧烈程度，以期达到理想的过程控制设定效果。它通过高精密的温度和压力传感器把密闭系统中反应的热力学数据，以 1/200s 的采集速度实时检测出来，数据传输到 CPU 进行处理，CPU 对采集的实时数据与设定的程序进行比较以后，发出调整指令，通过变频调节磁控管，改变微波发射功率，对反应程度进行校正。其变频响应速率高达 1/120s，如此高的响应速度使得密闭微波化学系统的反应始终按照程序，控制保持在设定的轨道上进行。

系统评价：最新的系统其微波发射磁控管——温度/压力传感控制装置——内置计算机系统，能三者一体高屏蔽在强磁场下不受干扰完美的协同工作。不仅可以监视且可对反应的热力学条件进行过程控制，其程序设定的显著的特点就是直接设定时间/温度以及时间/压力的线性关系，微波发射功率根据所有热力学反馈数据，自动进行变频输出调整，并同时显示变化功率、压力、温度等参数和控制反应的动态曲线。由于系统的极高的响应频率，对化学反应热力参数的控制的能力和效果令人惊讶。使人真正的体会到精确微波能量传输的在化学反应控制上的成就。

结束语：1）和 2）类产品，都没有微波发射功率控制技术，无法进行热力学温度和压力控制。且监测技术也极不成熟。比如用热电偶温控（1）只能测相对温度（2）易引起天线效应干扰微波场的均匀性（3）易产生火花放电引爆氢气（4）且在微波场下有自热效应。

最新的智能型 3）类产品系统采用新型磁控管，通过闭环控制输出调频时基，提高了发射时基响应，极高响应频率可对反应压力和温度推升的变化过程进行 1/60s 的精确控制，据温/压反馈斜率信号调整连续功率输出 0% – 100%精确控制反应，使其完全符合设定的反应条件曲线和斜率。自动功率输出调整比其它简单的设定固定功率输出的产品有根本的技术进步。其主要特点如下：

（1）发射调频时高达到 60Hz，提高了系统发射控制响应能力。

（2）可据信号反馈调整功率连续输出 0%一 100%精确控制反应，消除脉冲影响稳定反应。

（3）建立了保持反应斜率和程序设定斜率一致性的控制关系。

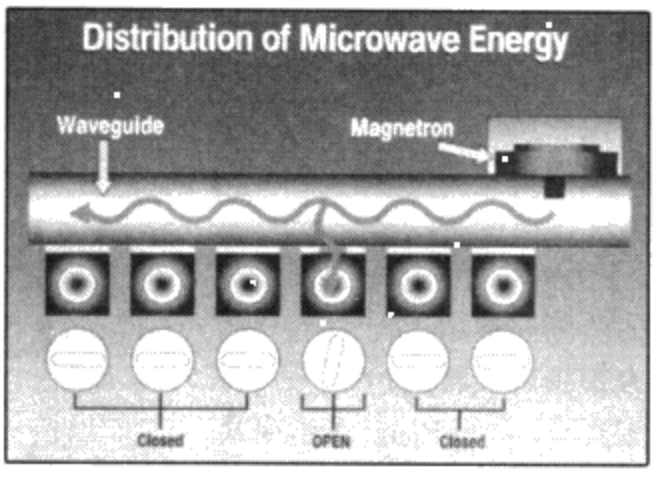
（4）增强了应急响应控制能力，避免化学反应中可能产生危险后果的临界连锁反应。可进行适合弱和强反应性样品消化的低功率输出。

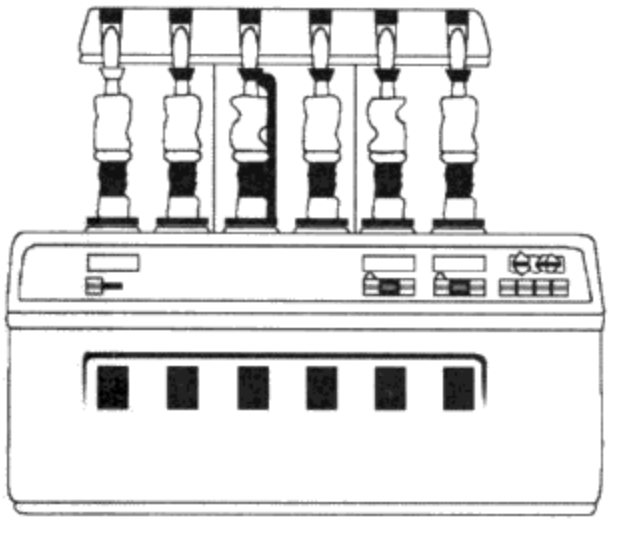
10.3.2 聚焦微波消解技术

1）聚集微波消解技术产生背景

在进行微量或痕量元素分析处理时，为了消解难溶样品且防止任何元素损失而采用的密闭式方法，主要设计是用特殊盖帽装置使整个样品和元素在反应处理过程处于严格高压密闭状态，密闭式消解的根本宗旨就是通过压力罐防止元素损失，其优点是无元素损失且在高压下反应非常迅速。缺点是高压下一般样品处理最较小，有机量只在 0.5g 左右，由于制备消解反应引起的高温高压会使许多元素和化合物处于气态，此时如果密封差极易引起严重的元素损失，影响样品消解的一致性。为此，出现了聚焦微波消解技术。

2）聚集微波品前处理的技术新发展





在加强高压仪器的安全设计和安全标准管理的一片呼声中，许多专家提出重新审视聚集微波仪器的优越性，重视了对聚集微波系列的开发和研究。聚焦微波系统其优点是对安全没有后顾之忧，所以常压条件下可处理大样品量，如：消解有机样品达 40g，样品萃取达 50g，但要成为专业的聚集微波消解系统，技术上必须从根本上解决①保证待测元素不损失、不被干扰。即此机制能保证元素回收率，②另外加强处理难消解样品的能力。③提高原始人工操作的自动化水平。根据上述所列全自动聚焦微波的设计取得以下突破：

（1）元素回收率：专业聚焦微波消解设计是通过回流系统解决挥发性元素损失的问题，使每一通道的回流冷凝器接口与自动添加试剂的入口合二为一，附着在冷凝回流系统和后续通道上的挥发性元素在添加试剂流入时被冲刷回流进反应罐。高效长颈冷凝回流系统成功的阻挡和防止在反应过程中挥发性元素的流失，使回收率高达 99.9%。

（2）高效率：在难消解样品的处理能力上由于可自由选择高沸点酸来加快速度，另外可中途自由的进行试剂添加，在反应后续阶段添加双氧水强化消解反应。大大改善了它的消解效率。

（3）安全性：与密闭式相比，不仅元素的完整性得到了保证，且安全性更高。专业型聚焦微波样品处理系统的特征是自动化和灵活多样的能力，具备多通道自动各种试剂添加系统，无需人工添加试剂和样品转移，可一次性完成消解、萃取、蒸发浓缩和定容等全过程。特别是聚集微波辐射自动功率控制样品反应的温度变化，保证了实验的重复性和再现性。

由于聚焦微波样品前处理的技术发展其灵活多样的处理能力，比密闭式消解更具有应用的广泛性。一经推出就被 USEPA 批准认可，用于微波样品消解、萃取、有机合成、凯氏定氮等化学操作过程中，满足了实验化学和分析化学的要求。

2）聚焦微波消解技术与密闭式消解的比较

高效率、元素回收率、安全性是评估密闭式和聚焦微波化学仪器的三个原则。虽然聚焦微波消解系统发展的时间不如密闭式的时间长，但是由于它突出的优点代表了发展的趋势，用于满足不同的用户要求。从应用上比较，聚焦微波消解系统相对于密闭式微波消解系统的优点如下：

（1）安全性能，聚集微波消解系统在整个操作过程中都不涉及密闭式中的压力问题，因此避免了由于压力造成的许多安全隐患。当使用大样品量保证检测线和降低分析误差，其处理量达几十克或几十毫升的样品，与其相比密闭式厂家操作手册中规定的样品量远远达不到。

（2）非脉冲聚焦微波　各个样品槽通过闭环阀门式控制微波的输出，避免了密闭式中为解决微波场不均匀的各种措施。非脉冲聚焦，其特征是无论功率变化微波输出均匀持续输出，无脉冲刺激。实验结果表明更易于控制微波辅助反应，提高消解反应的稳定性和安全性。且有机萃取反应回收率和稳定性也得到改善。

（3）自动化操作　密闭式中的手工操作试剂比较多，当处理不同样品时，同一批次中密闭式只能采用一种方法，会造成样品条件的不一致。而聚焦微波技术可实行自动化操作，自动试剂添加，同时实现多达六个样品四种试剂的自动计量添加、自动冷凝回收，自动蒸发浓缩。一机同时多种样品独立程序控制，可同时使用六个不同的程序，处理六个不同的样品。

（4）石英材料反应容器　密闭式中由于采用有温度限制的聚合材料容器，对不同的溶剂有不同的限制温度，一般不能高于 300℃。而聚焦微波系统采用无高温限制的石英材料反应容器，温度可达 450℃。所以用户可根据传统方法选用各种试剂。

（5）时间　密闭式的消化时间略短于聚焦微波系统，但考虑到人工的酸试剂操作时间等因素，加上密闭式中压力的冷却时间，整个的工作效率聚焦微波系统并不亚于密闭式。另外，聚焦微波系统还有能够随时观察反应情况，冷却速度快等一系列优点。

4）自动聚焦微波技术设计

（1）聚焦非脉冲微波辐射和功率调整　此技术通过非金属结晶体单向波导，微波引进分列的各小腔槽进行聚焦，微波按反应的需要直接瞄准样品进行高效聚焦辐射。由于采用分腔波导聚焦 + 阀门调节控制导

入微波当量，实现了两个突破：a）摆脱了传统的开关磁控管功率调整方式，实现非脉冲连续微波功率调整。b）根据温度变化的阀门调节技术，用单一磁控管（1200W）发射同时为整个系统（6个腔槽）提供各反应腔所需要的精确的微波当量。

（2）免接触式温控反馈系统（CEM专利技术）三相温度反馈互标定监控保证了可靠性：1）由聚焦镜安装在反应罐下的IR红外温度辐射传感器。2）热电偶温度传感器进行温度推升参比进行自动温度补偿技术，RTD铂金电阻工传感技术测试周遍温度，进行起点温度标定。因此新一代免接触式温度检测技术精度达±1℃。范围0~1000℃。远高于上一代±5℃。

（3）自动试剂添加系统　无须接触试剂可精确设计化学反应程序，试剂系统按设定蠕动泵会从不同的试剂源分别为各个反应通道进行定时、分批、定量加入4种不同试剂。避免反应过程中烦琐的人工试剂添加，间断反应进程，完成人工难以辅助的精确工作。系统软件可跟踪检测试剂供应状况以防止样品处理时缺少试剂。

（4）试剂分离和废蒸汽采集处理装置　是指装有真空泵的废蒸汽采集装置，以洗涤和吸收样品处理过程产生的气体。无须通风柜。可方便观察气体洗涤缸的溶解情况以更换溶剂。且利用此机制可简单进行精确温控的混合物分离样品处理。

5）聚焦微波应用

（1）酸消解　应用于AAS，ICP等仪器分析中大样品量的处理，微波能聚焦在反应物上。适用于10g以上大处理量有机样，最大操作温度提高到0~500℃。在反应过程中自动进行加酸工作，冷凝回流系统防止元素损失，简化痕量分析制样手续。

（2）固相样品萃取　聚焦微波保持待测萃取物分子形态，国际上许多科学小组已进行了大量的研究工作。程序控制系统自动添加4种试剂，电磁或电动搅拌提高样品与试剂的接触从而提高萃取效率，独特的内部设计可使样品在过滤后无须转移过滤和浓缩提纯。

（3）凯氏定氮样品处理微波方法采用双氧水自动添加技术取代危险的催化剂添加，降低了试剂消耗和时间，避免直接操作接触有害化学物质如硒和汞催化剂。提高大样品量蛋白质消解的凯氏定氮样品制备效率和安全。易于与任何标准蒸馏系统方便安全相接，能进行精确氮元素测定。过去花3~4h方完成的实验现在只需20min。

（4）有机合成　聚焦微波用于降低化学反应的活化能，改变反应路线，降低反应所需温度，可提高反应速率，缩短反应时间10~1000倍。

（5）超痕量分析样品的蒸发和浓缩前处理　适用于超纯物质样品的PPT级（10^{-9}）分析样品蒸发和浓缩前处理。为样品浓缩处理提供小型超净室环境。具备各自的真空管路，用于烟雾和其副产物的抽空排出，以及HEPA滤后净化气和纯氮的输入，以用净化空气或氮气保护样品环境，防止交叉污染。浓缩，蒸发时间由几小时缩短到几分钟，取代传统的旋转蒸发、电热板、加热架方法。广泛应用于半导体、超纯化学、微电子、环境等领域。

10.3.3　压力容器的材料和设计技术概述

压力容器材料的发展：由于剧烈的消解或萃取反应都是在高压容器中进行的，高压达110　bar（1500 psi），高温达350℃，石英内 衬 高温达1000℃以上，因此容器是设备安全性的基础。好的设计如盖帽和泄气系统对安全和可靠性具有重要意义，但关键还是高压容器材料本身的强度，材料强度的水平代表高压罐的水平。在短短的十年时间里材料科技飞速发展，过去采用的材料有：PFA、TFM、Ultem等。各种级别应用组件广泛应用于处理最难的样品消解、萃取、有机合成、水解，以及其它科研和开发的应用。

新一代产品的重要技术突破是其压力容器的外壳材料，它采用了宇航超强外壳先进复合纤维编织材料（航天、波音飞机11%的组成、F-16外壳，经改进适用于微波辐射，美国CEM专利），此材料的高强度、高耐热性能大家可能已经从其它文献上见过介绍，其高强和轻便的结合目前已取代原外壳Ultem材料，其缺陷是通过注模成型，高温高压下易碎。密闭高压反应在超强和高抗化学腐蚀外套保护下，能极大的保障

操作者安全。其高压罐的物理指标达到极高的水平，其它部分的材料是三种通用材料，一是高压容器内衬为 TFM（德国 Hochest 专利）；二是，高压容器外套保护由复合纤维合成编织（美国 CEM 技术）；三是高压容器框架为 PFA（美国 Dupont 专利）。

10.3.4　结构设计及双重泄压机制的采用

值得注意的是两种泄压方式：防爆膜和自动压力片排气。双重保险设计使得即使防爆膜信道受堵塞时还有自动压力片启动排气释放高压。另外高压罐的设计还采用了基于模拟爆破实验和三维定向防爆理论的成果，可保证垂直方向爆破，免除横向冲击对人的伤害。通过嵌入压力控制系统和抗微波干扰温控系统直接控制罐中样品反应情形。分体式滑入式安装和自动旋转转盘极易分步安装插入和取出消解压力罐解放劳动。另外还内置了特殊应用速度可调电磁搅拌装置，有利于异相反应物之间的充分接触提高反应速度。

10.3.5　实验室常规容器和材料的热力特性

实验室操作人员应该了解实验过程中使用的各种材料的热力特性的相关知识，对其正在使用的微波消解系统中所采用的不同试剂材料特性有相应的了解，方可保证实验室操作的安全。表 10－6 为实验室中所常用的试剂和器皿的热力学特性。

表 10－6　试剂和器皿的热力学特征

试剂和材料	熔点（℃）	最高使用温度（℃）	介电损失因子（$\times 10^4$）
水			1570
氯化钠（0.1 摩尔）			2400
汽油（辛烷值 100）			14
聚砜	< 190d	160e	760
酚/甲醛	分解	120－190	519
酚醛树脂（石棉填充）	分解	200－218	438
尼龙 6/6	253	102	128
尼龙 6/10	> 215	80－102	117
玻璃（粒度 0080）	> 1000	——	126
玻璃（粒度 7070）（硅化硼）	> 1080	——	12－75
陶瓷（取决于类型）	——	——	6－50
聚丙烯	168－171	100－105	57
聚甲基丙烯酸甲酯	115c	76－88c	57
乙缩醛共聚物	165－175	121	36
瓷（4462）	——	——	11
聚苯乙烯	242c	82－91	3.3
聚乙烯	120－135	71－93	3.1
Kel－F，CTFE	198－211	199	2.3e
聚甲基戊烯	240b	175d	——
Tefzel，TFE＋CE	271	200	2.0
Halon，（P）TFE	> 320	260	1.5
特氟隆，FEP	252－262	204	——
特氟隆，PFA	302	260	1.5
聚碳酸酯	241	121	0.7
石英，熔化	> 1665	——	0.6

10.3.6 微波压力容器的材料组成和相关理化指标

多数的塑料是由碳原子长链组成的聚合物。特氟隆是杜邦公司一种塑料制品的商业名称，氟原子代替碳原子组成长链分子骨架。这些被称作“含氟聚合物”。含氟聚合物链是相当稳定的，很难用化学的方法破坏。因此被大量用于制造微波高压容器，好的设计如盖帽和泄气系统对安全和可靠性具有重要意义，但关键还是高压容器材料本身的强度。

1）PFA 是特氟隆型全氟代聚合物的技术缩写。PFA 即全氟代烷氧乙烯。熔点是 302℃。用于制造高压容器框架，和低压容器内衬罐。

2）PTFE 是另一种特氟隆型氟代聚合物的技术缩写。PTFE 通常是白色固体，熔点 在 320～340℃之间。用于制造压力容器的盖帽组件。

3）TFM 是 PTFE 的一种，TFM 是德国一个化工塑料公司（Hoechst 公司）的含氟聚 合物产品的商业名称，TFM 是一种类似橡胶物质，其机械强度大于标准的 PTFE。不过仍具有和 PTFE 相同的熔点，即 320～340℃。用于制造高压容器内衬

4）Ultem 材料注模成型，高温高压下易碎的缺陷，目前在微波化学领域几乎被淘汰。

5）超强复合纤维编织材料是压力容器的新一代外壳材料，由石英纤维、玻璃纤维、Kevlar 纤维、碳纤维等复合而成，（宇航航天、波音飞机 11%的组成、F－16 外壳，经改进适用于微波辐射，美国 CEM 专利），此材料高强度、高耐热性和轻便的结合目前已用于 CEM 公司 MARS5 的保护外套材料，保证不会发生横向爆破。

10.3.7 参数的定义和最新检测方法探讨

控制技术的描述及参数的定义：微波电磁给控制技术是保障实验室操作安全的常识，有些欧美国家对高压容器的压力指示甚至有法律上的规定，操作员有权也应该知道在身边正在变化的压力容器的数据，有利于避开可能的危险，这是最基本的安全范畴。有必要说明一些功能和数据的定义比如：把温度压力监测宣传成温压控制。能够监测温度压力数据并不意味着能控制。

温度压力控制技术 = 温度压力数据监测 + 反馈机制方可实现，

反馈机制级别：1）开关反馈，达到设定点时关掉发射电源，实现点控制。

2）变频功率控制反馈，实现全过程控制。

如果一台机器需要人工进行功率/时间的设定，就证明其机器不能自动改变功率，不具备闭环控制系统又何来过程控制？对热力学控制性能进行正确的描述，还应该注意区分三种压力和温度参数概念。

（1）最高耐压和耐温数据是高压罐密闭罐材料的所能承受最高压力或温度上限。

（2）压力或温度最高检测数据是检测系统所能检测到的最高压力或温度的上限。

（3）最高控制压力或温度数据是控制系统在一范围内能控制压力或温度的上限数值。

10.3.8 压力和温度传感技术

温度和压力存在着绝对计量值和相对计量值的区别。如常规方法采用热电偶温控只能测相对温度，对于萃取反应的控制来说如果温度是相对温度，最终产物将面目皆非。反应的控制将没有丝毫意义，因为形态已产生变化。而对于某些有机物的高压消解来说不精确的温度值，将无法识别或控制其分解临界反应点，会带来严重后果。最新测温方式传感技术必须是微波屏蔽或根本不受微波影响，且为绝对温度值测试。以下就压力和温度传感器作一介绍：

（1）传统的水压传感方式简单易行，在微波场下操作的安全性和可靠性都十分理想。缺点是每次都须清理排除一些上次反应的用水，如果操作不甚可能会产生的交叉污染。新型的液压封闭式压力传感系统由

于压力传送介质的改变和密封，且物理和电子信号的转换集成化，彻底消除了以上缺陷，性能达到更为理想的效果。

（2）压电晶体传感测量技术符合 NIST 标准，无异于完整精确的电子天平，压力范围高达 0～1500psi，精度 ±0.001%。在最困难环境下，连续测量压力罐的运行数据，且测试频率压控反馈 CPU 达 200 次/s，保证控制反应压力推升符合设定斜率。缺点是价格昂贵。

（3）铂金温度传感器利用温度变化影响高纯铂金导体内自由电子数的绝对电导率技术，通过阻抗变化准确测试绝对温度值 0～550℃精度 ±0.1℃频率提高到 200 次/s，输出信号强响应。精度极高，符合 NIST 标准。缺点是需由昂贵的非金属结晶体屏蔽免受微波干扰，价值较高。

（4）光控温度（Thermo－Optic）由高纯度熔融二氧化硅制成直接光纤温度测量法，不受微波场影响此方法应用广泛，能在很大温度范围内提供高精度测量。

（5）热电偶温控通过冷热端电势差测相对温度，缺点是易引起天线效应干扰微波场的均匀性。易产生火花放电引爆氢气，且在微波场下有自热效应．既不能测罐内实际温度又不安全，一般不采用。红外监控 IR 传感器可在一定的距离下扫描和监测温度红外辐射数据，缺点是精确性较差，因此必须通过温度标定系统一起工作以保证其结果的精确性。

10.3.9　消解系统设计

微波消解反应温度/压力设定　微波技术并不能代替对了解化学反应知识的需要，因为许多化学反应都可被高温高压所加速。为了更好地分解样品，有必要了解适合于该基体、元素分析用的酸及适当的温度和压力条件。只有在最佳条件确定之后，才可使用微波消解技术。了解样品基体中的各组分对于确定分解的最有效温度是必不可少的。了解消解特性和样品组分同各具体试剂间的相互作用可使分析工作者更容易地控制样品消解过程。设计得当的消解法需要能达到和保持迅速分解基体中主要有机组分的最低温度。对于不同的有机/无机样品，酸消化时化学反应在各点温度的剧烈程度和物理当量的变化不同。

（1）有机物反应温度/压力条件：当在一密闭容器中消解有机物时，像 CO_2 和 NO_2 这类气体副产物会产生很高压力。糖类、蛋白质和脂类是生物和植物组织样品的三个基本成分。蛋白质物料约 150℃下迅速分解，脂肪酸约 160℃才显示出同样的分解情形。芳香氨基酸在 175℃下，唯一没有断裂的有机键是苯环中的 π 键。硝酸分解有机基质样品的并不完全，完全分解只有用高氯酸试剂才行。但尽可能避免使用这种强氧化剂。当消解超过 50mg 的样品或能产生气体的样品时，消解应分步达到最终压力的条件下进行。此法能控制处理过程并阻止放热反应的发生。有机分子的分解温度根据分子量不同从 140℃到 180℃不等。一般如下：

碳水化合物	140℃
蛋白质类	145℃－150℃
类脂，脂肪类	>160℃－165℃
重油类，石油、沥青	>180℃－185℃

在生物和植物基体的消解中，NO_2 受容器中总压力的影响溶解度发生突然变化相一致。NO_2 气体缓慢地逸出，没有起泡现象，释放出 NO_2 特征的烟雾。然后溶液又转变为更加熟悉的黄棕色。从绿色到黄棕色的颜色变化是硝酸消解产物引起的。

有机物微波消解应注意以下几点：

①干样样品量不大于 >0.5g

②对于陌生样品从 0.1－0.2g 开始可逐渐增加到 0.5g

③采用程序升温升压控制模式

④对于含有无机物的混合样应被当成有机物处理，采用相同程序模式

⑤消解前进行必要的预处理可有益于氧化反应。

(2) 无机物反应温度/压力条件：密闭容器消解氧化物质如矿物、矿石、陶瓷或某些合金，酸分解产生的压力比消解有机物质时所产生的压力要低得多。大多数无机样品可在温度 185℃，压力 120psi 以下消解。无须采用程序升温升压模式，增加温度压力，通常不能加快消解，而且会减少容器寿命。

控制模式选择：具备标准温度/压力控制，温度/时间，压力/时间和功率/时间四种斜坡模式。变化格式依照设定方法，自动控制微波动力，且每种爬坡模式都同时显示相应温度和压力的变化情形。能使化学反应的升温升压变化斜率控制在预定的曲线上进行。且可根据反应情况设定自动温控/压控模式转换。这样当反应到达临界点后，可进行精确控制的安全反应。同时显示并存储上次使用方法，信息屏记录罐数样品量酸组分和每罐的体积。应用于高温高压的有机/无机样品酸消化/有机萃取/蛋白水解以及有机合成/化学反应工艺小试控制。

①标准温度/压力控制：以所设定的目标温度和压力值，机器以最快的速度启动功率辐射激发反应，达到并控制保持在所设定的目标值。注意：此模式一般只适宜无机物样品在 200℃以下消解和某些有机萃取。用此模式进行有机物样品消解，可能会产生严重后果。

② 斜坡温度/时间控制：以所设定的目标温度值，机器启动功率辐射激发反应，通过改变微波对密闭反应的发射功率，精确按规定时间为等比例升温速率，使反应达到并控制保持在所设定的目标温度值。同时压力传感实时显示对应的升压曲线。此模式可进行反应动力热力学指标控制测试、。它能帮助化学实验人员清楚的了解化学反应在各点温度的剧烈程度和物理当量的变化，把握反应发生的条件和机制，测 试反应临界点，寻找和优化最佳反应条件，提供了精确量化手段 。注意：此模式应用广泛，于高温高压的有机/无机样品酸消化，有机萃取，蛋白水解以及有机合成等。

③斜坡压力/时间控制：以所设定的目标压力值，机器启动功率辐射激发反应，通过改变微波对密闭反应的发射功率，精确按规定时间为等比例升压速率，使反应达到并控制保持在所设定的目标压力值。同时温度传感实时显示对应的升温曲线。注意：此模式主要应用于高温高压的有机样品酸消化，蛋白水解，以有机合成等。

④斜坡功率/时间控制：以所设定的功率值，机器启动功率辐射激发反应，按规定时间工作。注意：此模式为最原始最传统的方法已不常见。但有些厂家仍在使用。如果无温度压力传感实际显示及开关控制操作，可能会产生严重后果。

10.4 微波消解方法

10.4.1 样品制备目标和原则

微波技术在分析化学中的应用所涉及的应用领域主要包括原子吸收光谱分析、原子荧光分析、分光光度分析、波谱分析、等离子体原子光谱分析、样品消解、样品萃取、脱附、测湿、干燥、分离富集、显色反应、形态分析和热雾化等。其中无机分析 AAS，ICP－EAS，ICP－MS 样品消解前处理和 HPLC 有机分析的样品萃取最为普遍，受分析化学界欢迎。以下为样品消解前处理所应考虑的前提：

1）确定样品消解是否必要：①样品不必消解能否分析?
②通过消解样品能否改善分析?

2）理想样品制备的进行步骤：①将固体和液体样品转化成液体溶液
②破坏所有的有机物质
③把感兴趣的分析物以可检测的浓度保留在溶液中
④不加任何干扰离子

⑤调整样品的粘度和颗粒度到分析的最佳条件

3）采用微波消解手段的 10 大理由：

①采用 2450　MHz 的微波，只能导致分子（粒子）运动，不引起分子结构变化，从而不会改变消解反应的。

②微波直接向样品释放能量（热是副产物），避免了传统方式（热传导、热对流）中能量的损失，提高了能量的使用效率。

③最先进的微波消解仪器能够通过磁控管的自动调节，定量的控制微波能量的传递，以此控制分解条件并实现对反应的控制。

④大多数传统试剂在微波消解中皆可使用。

⑤样品的消解进行的更精确、彻底。

⑥密闭微波消解可通过提高温度/压力协助反应，使反应物在需要的特定温度下发生快速分解，减少分解所需的时间，提高工作效率，对传统方法这是不可能的。

⑦挥发元素如：As，Hg 等可以保留在溶液中，防止挥发造成结果的偏差和对环境的污染。同时也使操作人员避免接触酸雾和有害的气体。

⑧由于微波消解试剂用量少，且无环境对样品的污染，因此有较低的空白值，

⑨好的微波消解仪器能够实现从功率选择到消解反应的自动控制，避免了人为操作产生的错误和误差。

⑩通过温度、压力参数的控制可以保证消解的质量，保证反应完全一致的平行性和重复性。

10.4.2　酸与样品分解

消解的目的是用酸消解样品基体及待测的金属离子形成可溶盐。HNO_3、HCl 及 $HClO_4$ 广泛用于分析化学分析的样品制备，传统上使用的大多数无机酸都是良好的微波吸收体，当微波能被直接加到在密闭透射微波的塑料容器中的酸时，受到许多必须加以估计的复杂因素所制约。如何选用单一酸或是混合酸，这要看其分解基体的效果而定。在开口和密闭容器中均常选用混酸，是因为每种酸都有有效地分解某一特定基体中各别组分的能力，其中辅助酸不仅能作消解试剂，且把溶解过程中与另一种酸所形成的络合元素盐有效地溶解掉。例如，单用 HF 并不适合于植物样品的分解。然而，如果有含硅组分存在，则常把 HF 加入到硝酸中，以便使那些和硅以不同形式结合在一起的痕量元素释放出来。这种酸的组合必须根据样品基体的化学性质加以选定。

为了选择适当的酸以保证样品完全溶解，了解样品基体和其中主要的元素及化合物是非常重要的。在试图用密闭容器进行消解之前就做出估价，必须考虑的因素是：

1）酸和容器间的化学作用，使用 HF 不应选用玻璃和石英容器。

2）酸沸点和容器的熔点，高沸点（339℃）的硫酸能熔化大多数塑料制品，包括特氟隆 PFA。

3）酸在微波场中的稳定性、蒸气压力。

4）混酸组合使用时，酸之间的相互作用。

5）挥发性

在 HCl 中 – As，Se，Sb，Sn，Ge，Te，Hg 的氯化物易挥发

在其它酸中 – Cr，V，Mo，Mn，Bi，Tl 的氯化物易挥发

在稀酸中 – B，P 易挥发

Pb，Se，Sb，As，Te，Hg 的氢化物易挥发

6）溶解性 溶解度常数，（伴随）氟化物沉淀

7）酸和混合酸 HNO_3，HCl，HF，H_2SO_4，H_3PO_4，H_3BO_3

10.4.3 酸和混合酸的重要特性

1）HNO_3

HNO_3 是一种氧化性酸，它可溶解绝大多数金属形成可溶性金属硝酸盐。浓度在 2mol/L 以下时，它的氧化能力很弱，但是在最高浓度时它是强氧化性酸。它的氧化能力可以通过加入氯酸盐、高锰酸盐、过氧化氢或溴，或者是通过提高温度和压力而得到提高。硝酸可氧化绝大多数金属和合金，但是不能氧化金和铂，高浓度的 HNO_3 可使一些金属钝化。溶解这些金属可以通过使用混酸或稀 HNO_3 来实现。

HNO_3 是最常用的破坏有机物基体的酸，但 HNO_3 与其它的酸混合时是一种较强的酸，例如与 HF 混合。

2）HCl

HCl 是非氧化性酸，在溶解过程中它表现出弱的还原性。盐酸可以很容易地溶解许多金属碳酸盐、氧化物和碱金属氢氧化物，另外，它还可以溶解许多金属，包括 Au、Cd、Fe 和 Sn，并且通过加入其它的酸可以加快溶解的速度。绝大多数金属生成可溶性金属氯化物，除去 AgCl、HgCl 和 TiCl 不溶和 $PbCl_2$ 微溶几个特例外。HCl 的络合性使许多金属可以完全溶解，例如与 Fe（II）和 Fe（III）络合生成 $(FeCl_4)^{2-}$ 和 $(FeCl_4)^-$。

HCl 酸对某些金属氧化物及比氢更易被氧化的金属是一种理想的溶剂。在高压及较高温度的条件下，许多硅酸盐及其它难溶氧化物、硫酸盐和氟化物都可与盐酸作用而产生通常可溶的盐酸盐。对于水溶液中的胺和生物碱等一些碱性化合物及某些有机金属化合物，它也是一种有效的溶剂。

HCl 经常和其它的酸混合使用，最常混合的为 HNO_3，王水就是 HCl 和 HNO_3（$HCl + HNO_3 = 3 + 1$）的混合物。

3）HF

HF 是非氧化性酸，它的反应是基于它的强络合性。氢氟酸是无机分析中最常用的酸，因为它是为数不多能溶解硅酸盐的酸其中的一种。它的强络合能力阻止了几种金属的微溶物质的生成和提高了元素的溶解性和稳定性。溶于 HF 的物质首先生成可溶性氟化物，除去碱土、镧系元素、锕系元素生成不溶或微溶的氟化物。为了提高溶解能力，HF 经常与气它酸混合使用，例如加入 HNO_3。通过在消解后除去 HF 的方法，可以增加不溶氟化物的溶解性。

HF 是一种溶解硅基物料的有效试剂。硅酸盐被转变成可挥发的而留下待测的元素。

4）H_2SO_4

稀 H_2SO_4 没有任何氧化性，但浓 H_2SO_4 能氧化许多物质。H_2SO_4（98.7%）的沸点为 339℃，它高于所有聚四氟乙烯所能承受的最高温度。所以，微波样品制备方法的发展一定要考虑反应温度，目的是阻止超过特氟隆容器的热稳定性。H_2SO_4 溶样时采用石英容器。在冷凝蒸发中，H_2SO_4 能腐蚀特氟隆容器的表面。

H_2SO_4 常与其它酸和溶剂混合使用，最常使用的为 $HClO_4$ 或 H_2O_2。H_2SO_4 作为脱水剂大大提高了 $HClO_4$ 的氧化性，但是如果被迅速加热，这种混合溶剂与反应器中的有机基体会剧烈反应，甚至产生爆炸。

H_2SO_4 是许多有机组织、无机氧化物、氢氧化物、合金、金属及矿石等的有效溶剂。热 H_2SO_4 可用于特氟隆容器，但是必须监控其温度，浓 H_2SO_4 可完全破坏几乎所有的有机化合物。

5）$HClO_4$

稀 $HClO_4$不论是被加热还是冷却，都是非氧化性酸。高浓度的 $HClO_4$（60 – 72%）在低温时是非氧化性酸，但当处于高温时，它成为强氧化性酸。因此，$HClO_4$ 的氧化能力与它的浓度与温度有关。高温 $HClO_4$ 能容易地分解有机物质，有时是剧烈的。因为它能迅速与有机基体反应（有时爆炸），$HClO_4$ 通常与硝酸混合使用，这种混合酸可实现对有机物的可控消解，在低温时，混酸中的硝酸首先氧化易被氧化的物质，随着温度的升高，高 $HClO_4$ 将完全消化未被硝酸消化的物质。因为 $HClO_4$ 可以分解几乎所有的有机基体，所以可以选择它来破坏有机物，并且几乎所有的高氯酸盐都可溶。但是，许多干燥的高氯酸盐都可爆炸。

因为高氯酸盐与有机基体共存时有爆炸的可能，并且微波制备样品使用的是快速加热源，所以 $HClO_4$ 对安全造成很大的威胁。在微波反应器中 $HClO_4$ 在 245℃分解产生了大量有毒的副产品气体，结果造成了超压。考虑到安全性，在微波系统中用 $HClO_4$是不明智的。如果有的消解反应必须用 $HClO_4$，那末你一定要遵守下列规则：

①了解所有与安全处理 $HClO_4$ 相关的信息。

②消解开始时使用稀 $HClO_4$，稀 $HClO_4$与有机物质反应缓慢，从而避免了可能的爆炸反应。

③在 $HClO_4$与物质反应前，先用其它的酸与较易被氧化的物质反应，目的与规则②相同。用 HNO_3 稀释 $HClO_4$，然后慢慢加热样品，使 HNO_3 与尽可能多的物质先反应，继续加热，直到 $HClO_4$能完全氧化剩余的有机物。

④紧跟规则②和③后的最安全方法是两步消解法。在消解的第一步中只用 HNO_3 并且尽可能完全地消解样品。第二步，反应器一冷却后立即打开反应器的盖子，加入最小量的 $HClO_4$，然后加热反应器一秒钟，在这个过程中 $HClO_4$酯只分解一小部分有机物质。

⑤建立关于处理高氯酸盐的安全规则，避免器皿上残留高氯酸盐。

6）H_2O_2

消解中用到的 H_2O_2 典型的浓度大约为 30%，但是浓度接近 50%的也可以用。H_2O_2 和许多有机物能发生爆炸反应，特别是在较高浓度的情况下。随着浓度的增加，H_2O_2 的氧化性也在增加。H_2O_2 通常与酸混合使用，H_2O_2 和 H_2SO_4 混合是一种非常强的溶剂。鉴于它的氧化能力，通常在基体预消化后再加 H_2O_2，H_2O_2 能够完全消化样品。H_2O_2 的用法相似与 $HClO_4$，在有机物预消解后再加入这种酸是避免激烈反应的一个方法。

H_2O_2 的使用：

①用 HNO_3 消解以后，如果 HNO_3 消解食物或类似样品后仍有残余有机物存在，可以加入 H_2O_2，但应小心从事。H_2O_2 必须在预处理阶段和低功率条件下（≤250W）进行，或者在主要的有机物质被消解后的第二步才能加入。

②炭化步骤需要炭化的样品须在密闭容器消解操作的后期蒸发掉 HNO_3 和水，然后加入 H_2O_2 彻底消解有机物质。HNO_3 和水蒸发到产生浓、白的 SO_2 烟雾为止。H_2O_2 应逐滴加入，直到溶液变清为止。

7）H_3PO_4

热 H_3PO_4 已成功地用于消解那些用 HCl 消解时会使某些特定痕量组分挥发损失掉的铁基合金。H_3PO_4 还可溶解许多铝炉渣，铁矿石，铬及碱金属。

总之，HNO_3、HCl 及 HF 有较低的沸点，因而伴随有较高的分压。H_3PO_4、H_2SO_4 及 HF 在相近温度下

则有较低的分压和较高的沸点。取每组酸中的一种并加以组合便可利用它们的性质获得一种分压比沸点较低的酸还要小的混酸。

HNO_3 和 H_3PO_4 用于有机组织；HNO_3 和 HF 分解生物和植物样品；HBF_4 和 HNO_3 – HF 混合物用于分解炉渣；王水用于分解矿渣和地质样品的及 H_3PO_4 和 H_2SO_4 的（1 + 1）混合物溶解 α – 氧化铝。

王水是 HNO_3 和 HCl 的混合物，是一种有效的氧化剂。其效力部分在于产生的氯化亚硝酰（NOCl）是混合物中的活化剂之一。在加热时，氯化亚硝酰将离解为有毒的、强腐蚀性的氯气。除了这些气体的氯化作用，王水还能比单独使用 HCl 或 HNO_3 时更有效地氧化许多物质。

10.4.4 微波消解酸选择的准则

微波消解中酸的选择准则见表 10 – 7。

表 10 – 7　微波消解酸选择的准则

酸或混合酸	作　用	应　用
HNO_3	广泛用于酸消解。能氧化侵蚀金属和有机物质。Au，Pt，Nb，Ta 和 Zr 不能被 HNO_3 溶解。Sn，Sb 和 W 形成不溶性的水合氧化物。能溶解大多数硫化物，UO_2 和 U_3O_8。在起始反应后，可加入 H_2O_2 以使消解彻底。	主要用于有机样品如脂肪、饮料、蛋白质、碳水化合物、植物材料、废水和颜料和聚合物。也应用于金属氧化物广泛用于淋洗土壤样品。
HCl	本身应用不广。	用于溶解弱酸的盐：碳酸盐，磷酸盐和无机氧化物（如 Fe_2O_3）和铝金属
H_2SO_4	H_2SO_4 是许多物质的有效溶剂，可完全破坏几乎所有的有机化合物。进行快速脱水炭化（高沸点：339℃），热 H_2SO_4 可用于有机组织、氢氧化物、合金、金属和矿石。但必须监控其温度．因在其达到自身沸点前将融化特氟隆容器，采用玻璃或石英容器可扩大 H_2SO_4 的适用温度范围。	适合应用于敞口微波消解系统如美国 CEM 公司的 STAR 系统采用玻璃或石英容器
$HClO_4$	是一种强氧化剂，可与其它酸不反应 的金属反应，也能完全分解有机物然而当热 $HClO_4$ 与有机物及容易氧化的无机物接触时，则可能产生爆炸，因此需特别的安全措施。而且 $HClO_4$ 在微波系统的密闭容器中加热时经历了一个不可逆的分解反应，产生一种气态最终产物造成压力迅速上升，形成潜在的威胁。	慎重使用
H_3PO_4	热 H_3PO_4 成功的用于那些用 HCl 消解时会使某些特定痕量组分挥发损失掉的铁基合金。	H_3PO_4 除了可消解铁基合金。还可溶解许多铝炉渣、铁矿石、铬及碱金属。
HBF_4	HBF_4 用于那些需要分解硅酸盐和需高温条件的含有无机基体的地质样品的消解。在 11.7℃的密闭容器中其分压仅为 5.7atm，不需高压就可得到比 HF 更高的温度，且酸并不分解。	硅酸盐、地质样
HF	适用于消解含硅样品。与 HNO_3 一起氧化钛、钨、铌、锆	硅酸盐，Ni – Cr 合金，硅酸盐矿物

酸或混合酸	作　　用	应　　用
$HCl + HNO_3$（王水）	由于化合不稳定且不好储存，需现配现用。通常的比例是 $HCl + HNO_3$，体积比，(3 + 1)	用于无机物如金和铂的矿物。植物组织和废水也通常用此混合物消解。王水能从硅脉石中滤去金属但不能使其全部溶解。
$HNO_3 + H_2SO_4$	可形成硫酸盐的络合物及高温下脱水和氧化的性质。比例一般体积比（1 + 1）。起始反应后加入过氧化氢可使反应完全，但须当液体体积减少至可看到 SO_3 烟雾时才加入。	聚合物、脂肪和有机材料
$HNO_3 + HF$	比例一般为 $HNO_3 + HF$ 体积比（1 + 5），溶解 Ti，W，Nb 和 Zr（除 ZrO_2）。	合金、碳化物、氮化物、硼化物、硅酸盐岩石、灰、矿渣和高硅含量的植物材料可用此混合物消解。
$HNO_3 + HCl + HF$	通常方法是制成逆王水（$HNO_3 + HCl$ 体积比 3 + 1），然后再和 HF 以（7 + 3）的体积比混合。另一种比率为 $HNO_3 + HCl + HF$ 体积比为 5 + 15 + 3。	用于消解合金、硅酸盐岩石、灰、矿渣、粘土、玻璃和一些陶瓷。
$H_2SO_4 + H_3PO_4$	(1 + 1)	氧化铝及耐火材料

* 注：①注意一般使用 HNO_3，HCl，HF 无限制。
②对于 H_2SO_4，H_3PO_4 等高沸点酸应在低浓度以及严格温控条件下使用。
③反应物未经过预消化，请勿直接使用 H_2O_2 消化样品。
④应该尽量避免使用 $HClO_4$。
⑤由样品和试剂组成的溶液总体积请勿超过 30mL。

10.5　微波消解方法实例

10.5.1　医学与生物样品

血液（人体）

本方法为光谱分析或湿法化学法分析提供了用密闭的 Tefion PFA 罐微波加热酸消解血液的方法。

试剂：HNO_3（70%）

方法：（1）将 0.5g 或 1.0mL 的液体样品转移到一个罐中，加入 5mL HNO_3 溶液，放置安全膜并将安全帽拧紧，将此罐放在微波腔内转盘上，加上排气管。

（2）运转微波系统时，最大排气。

（3）仪器程序：①混合样品加热 4min 功率 100%，
②让样品溶解，保持 5 min，
③混合样品加热 8min 功率 50%，
④让样品溶解，保持 5 min，
⑤让样品溶解，冷却至室温，每个罐放气，并稀释适当的浓度。

注：可以根据样品结果的要求，参考微波消解样品程序，来制定消解程序。

脑、肺组织（狗）

本方法为光谱分析或湿法化学法分析提供了用密闭的 Tefion PFA 罐微波加热酸消解脑、肺组织的方

法。

试剂：HNO_3（70%）

方法：（1）将 0.5g 样品转移到一个罐中，加入 10mL HNO_3 溶液，放置安全膜并将安全帽拧紧，将此罐放在微波腔内转盘上，加上排气管。

（2）运转微波系统时，最大排气。

（3）仪器程序：①混合样品加热 4min 功率 65%，

②让样品溶解，保持 5 min，

③混合样品加热 15min 功率 40%，

④让样品溶解，保持 5 min，

⑤让样品溶解，冷却至室温，每个罐放气，并稀释适当的浓度。

注：可以根据样品结果的要求，参考微波消解样品程序，来制定消解程序。

发（人）

本方法为光谱分析或湿法化学法分析提供了用密闭的 Tefion PFA 罐微波加热酸消解发的方法。

试剂：HNO_3（70%）

方法：（1）将 1.0g 样品转移到一个罐中，加入 10mL HNO_3 溶液，放置安全膜并将安全帽拧紧，将此罐放在微波腔内转盘上，加上排气管。

（2）运转微波系统时，最大排气。

（3）仪器程序：①混合样品加热 5min 功率 30%，

②让样品溶解，保持 5 min，

③混合样品加热 15min 功率 35%，

④让样品溶解，保持 5 min，

⑤让样品溶解，冷却至室温，每个罐放气，并稀释适当的浓度。

注：可以根据样品结果的要求，参考微波消解样品程序，来制定消解程序。

骨

本方法为光谱分析或湿法化学法分析提供了用密闭的 Tefion PFA 罐微波加热酸消解骨的方法。

试剂：HNO_3（70%），H_2O_2（30%）

方法：（1）将 1.0～1.5g 样品转移到罐中，加入 10mL HNO_3 溶液，放置安全膜并将安全帽拧紧，将此罐放在微波腔内转盘上，加上排气管。

（2）运转微波系统时，最大排气。

（3）仪器程序：①混合样品加热 10min，压力 50psi，功率 100%，

②让样品溶解，保持 5 min，

③混合样品加热 30min，压力 50psi，功率 100%，

④让样品溶解，保持 5 min，

⑤让样品溶解，冷却至室温，每个罐放气，并稀释适当的浓度。

⑥如果有脂肪或微粒的样品出现时，可加 2－4mL H_2O_2，

⑦混合样品加热 10min，压力 100psi，功率 100%，

⑧让样品溶解，保持 5 min，

⑨让样品溶解，冷却至室温，每个罐放气，并稀释适当的浓度。

注：可以根据样品结果的要求，参考微波消解样品程序，来制定消解程序。

维生素和无机物（药）片剂

本方法为光谱分析或湿法化学法分析提供了用密闭的 Tefion PFA 罐微波加热酸消解维生素和无机物（药）片剂的方法。

试剂：HNO_3（70%），HF（49%）

方法：（1）研磨一定数量的片剂样品，近似 100 目并将其粉末完全混匀。

（2）将 0.5g 样品转移到一个罐中，加入 15mL HNO_3 溶液，放置安全膜并将安全帽拧紧，将此罐放在微波腔内转盘上，加上排气管。

（3）运转微波系统时，最大排气。

（4）仪器程序：①混合样品加热 8.5min，功率 100%，

②让样品溶解，保持 5 min，

③让样品溶解，冷却至室温，加 10mL　HF

④混合样品加热 8min，功率 50%，

⑤让样品溶解，保持 5 min，

⑥让样品溶解，冷却至室温，每个罐放气，并稀释适当的浓度。

注：可以根据样品结果的要求，参考微波消解样品程序，来制定消解程序。

10.5.2　食品及食品制品

牛肉及腊肠制品

本方法为光谱分析或湿法化学法分析提供了用密闭的 Tefion PFA 罐微波加热酸消解牛肉及腊肠制品的方法。

试剂：HNO_3（70%）

方法：（1）切碎或绞碎样品直经小于 5mm。

（2）将 0.5g 样品转移到一个罐中，加入 15mL HNO_3 溶液，放置安全膜并将安全帽拧紧，将此罐放在微波腔内转盘上，加上排气管。

（3）运转微波系统时，最大排气。

（4）仪器程序：①混合样品加热 15min，功率 50%，

②让样品溶解，保持 5 min，

③混合样品加热 10min，功率 100%，

④让样品溶解，保持 5 min，

⑤让混合样品加热 10min，功率 100%，

⑥让样品溶解，保持 8 min，

⑦让样品溶解，冷却至室温，每个罐放气，并稀释适当的浓度。

注：可以根据样品结果的要求，参考微波消解样品程序，来制定消解程序。腊肠制品的成分包括脂肪、碳水化合物等不同的含量，从而可以改变消化程序。

旗鱼组织

本方法为光谱分析或湿法化学法分析提供了用密闭的 Tefion PFA 罐微波加热酸消解旗鱼组织的方法。

试剂：HNO_3（70%）

方法：（1）切碎或绞碎样品混均匀，其直经小于 1mm。

（2）将 0.5g 样品转移到一个罐中，加入 6mL HNO_3 溶液，放置安全膜并将安全帽拧紧，将此罐放在微波腔内转盘上，加上排气管。

（3）运转微波系统时，最大排气。

（4）仪器程序：①混合样品加热 3min，功率 45%，

②让样品溶解，保持 5 min，

③混合样品加热 20min，功率 30%，

④让样品溶解，保持 5 min，

⑤让样品溶解，冷却至室温，每个罐放气，并稀释适当的浓度。

注：可以根据样品结果的要求，参考微波消解样品程序，来制定你的消解程序。

蛤和蚝酱

本方法为光谱分析或湿法化学法分析提供了用密闭的 Tefion PFA 罐微波加热酸消解蛤和蚝酱的方法。

试剂：HNO_3（70%），H_2O_2（30%）

方法：（1）切碎或绞碎样品均匀浓度直经小于 1mm。

（2）将 0.5g 样品转移到一个罐中，加入 5mL HNO_3 和 1.5mL H_2O_2 溶液，放置安全膜并将安全帽拧紧，将此罐放在微波腔内转盘上，加上排气管。

（3）运转微波系统时，最大排气。

（4）仪器程序：①混合样品加热 7min，功率 30%，

②让样品溶解，保持 5 min，

③混合样品加热 10min，功率 30%，

④让样品溶解，保持 5 min，

⑤让样品溶解，冷却至室温，每个罐放气，并稀释适当的浓度。

注：可以根据样品结果的要求，参考微波消解样品程序，来制定消解程序。

肝脏（NBS SRM 1577a）

本方法为光谱分析或湿法化学法分析提供了用密闭的 Tefion PFA 罐微波加热酸消解肝脏标的方法。

试剂：HNO_3（70%）

方法：（1）切碎或绞碎样品均匀浓度直经小于 1mm。

（2）将 0.5g 样品转移到一个罐中，加入 5mL HNO_3 溶液，放置安全膜并将安全帽拧紧，将此罐放在微波腔内转盘上，加上排气管。

（3）运转微波系统时，最大排气。

（4）仪器程序：①混合样品加热 5min，功率 20%，

②让样品溶解，保持 5 min，

③混合样品加热 5min，功率 50%，

④让样品溶解，保持 5 min，

⑤让样品溶解，冷却至室温，每个罐放气，并稀释适当的浓度。

注：可以根据样品结果的要求，参考微波消解样品程序，来制定消解程序。

浓缩精制婴儿奶粉或大豆粉

一般成分

组　成	重　量（%）
水份	75.0
蛋白质	4.1
脂肪	6.6
碳水化合物	13.2
灰分	1.1

本方法为光谱分析或湿法化学法分析提供了用密闭的 Tefion PFA 罐微波加热酸消解浓缩精制婴儿奶粉或大豆粉的方法。

试剂：HNO_3（70%），H_2O_2（30%）

方法：（1）将 0.5g 样品转移到一个罐中，加入 5mL HNO_3 和 1.5mL　H_2O_2 溶液，放置安全膜并将安全帽拧紧，将此罐放在微波腔内转盘上，加上排气管。

（2）运转微波系统时，最大排气。

（3）仪器程序：①混合样品加热 15min，功率 90%，

②让样品溶解，保持 5 min，

③混合样品加热 5min，功率 0%，

④让样品溶解，保持 5 min，

⑤让样品溶解，冷却至室温，每个罐放气，并稀释适当的浓度。

注：可以根据样品结果的要求，参考微波消解样品程序，来制定消解程序。

小麦面粉（NBS SRM 1567）

本方法为光谱分析或湿法化学法分析提供了用密闭的 Tefion PFA 罐微波加热酸消解小麦面粉（NBS SRM 1567）标的方法。

试剂：HNO_3（70%），HCl（37%）

方法：（1）将 0.5g 样品转移到一个罐中，加入 10mL HNO_3，每个罐放置 5min 后，加 5mL　HCl 溶液，放置安全膜并将安全帽拧紧，将此罐放在微波腔内转盘上，加上排气管。

（2）运转微波系统时，最大排气。

（3）仪器程序：①混合样品加热 4min，功率 100%，

②让样品溶解，保持 5 min，

③混合样品加热 8min，功率 50%，

④让样品溶解，保持 5 min，

⑤让样品溶解，冷却至室温，每个罐放气，并稀释适当的浓度。

注：可以根据样品结果的要求，参考微波消解样品程序，来制定消解程序。

稻米粉末（NBS SRM 1568）

本方法为光谱分析或湿法化学法分析提供了用密闭的 Tefion PFA 罐微波加热酸消解稻米粉末（NBS SRM 1568）标的方法。

试剂：HNO_3（70%），HCl（37%）

方法：（1）将 0.5g 样品转移到一个罐中，加入 10mL HNO_3，每个罐放置 5min 后，加 5mL　HCl 溶液，

放置安全膜并将安全帽拧紧，将此罐放在微波腔内转盘上，加上排气管。

（2）运转微波系统时，最大排气。

（3）仪器程序：①混合样品加热 4min，功率 100%，

②让样品溶解，保持 5 min，

③混合样品加热 8min，功率 50%，

④让样品溶解，保持 5 min，

⑤让样品溶解，冷却至室温，每个罐放气，并稀释适当的浓度。

注：可以根据样品结果的要求，参考微波消解样品程序，来制定消解程序。

水果酱和果肉（橘子和菠萝）

本方法为光谱分析或湿法化学法分析提供了用密闭的 Tefion PFA 罐微波加热酸消解水果酱和果肉（橘子和菠萝）的方法。

试剂：HNO_3（70%），H_2O_2（30%），H_2SO_4（98%）

方法：（1）将 0.5g 样品转移到一个罐中，加入 10mL HNO_3 和 2mL H_2SO_4 溶液，放置安全膜并将安全帽拧紧，将此罐放在微波腔内转盘上，加上排气管。

（2）运转微波系统时，最大排气。

（3）仪器程序：①混合样品加热 5min，功率 30%，

②让样品溶解，保持 5 min，

③混合样品加热 2min，功率 0%，

④让样品溶解，保持 5 min，

⑤让样品溶解，冷却至室温，加 3mL H_2O_2，

⑥混合样品加热 15min，功率 30%，

⑦让样品溶解，保持 5 min，

⑧让样品溶解，冷却至室温，每个罐放气，并稀释适当的浓度。

注：可以根据样品结果的要求，参考微波消解样品程序，来制定消解程序。

酒（配制葡萄酒）

本方法为光谱分析或湿法化学法分析提供了用密闭的 Tefion PFA 罐微波加热酸消解酒（配制葡萄酒）的方法。

试剂：HNO_3（70%）

方法：（1）将 10mL 酒样转移到一个罐中，加入 5mL HNO_3 溶液，放置安全膜并将安全帽拧紧，将此罐放在微波腔内转盘上，加上排气管。

（2）运转微波系统时，最大排气。

（3）仪器程序：①混合样品加热 40sec，功率 50%，

②让样品溶解，保持 5 min，

③让样品溶解，冷却至室温，每个罐放气，并稀释适当的浓度。

注：可以根据样品结果的要求，参考微波消解样品程序，来制定消解程序。

玉米油

本方法为光谱分析或湿法化学法分析提供了用密闭的 Tefion PFA 罐微波加热酸消解玉米油的方法。

试剂：HNO_3（70%）

方法：（1）将 0.5g 样品转移到一个罐中，加入 10mL HNO_3 溶液，放置安全膜并将安全帽拧紧，将此罐放在微波腔内转盘上，加上排气管。

（2）运转微波系统时，最大排气。

（3）仪器程序：①混合样品加热 5min，功率 30%，

②让样品溶解，保持 5 min，

③混合样品加热 3min，功率 0%，

④让样品溶解，保持 5 min，

⑤让样品溶解，冷却至室温，

⑥打开仪器门，注意以下步骤

⑦改变程序 1 – 10min，功率 40%，然后冷却，放气。

⑧改变程序 1 – 12min，功率 50%，然后冷却，放气。

⑨改变程序 1 – 12min，功率 40%，然后冷却，放气。

⑩让样品溶解，冷却至室温，每个罐放气，并稀释适当的浓度。

注：可以根据样品结果的要求，参考微波消解样品程序，来制定你的消解程序。

玉米淀粉

本方法为光谱分析或湿法化学法分析提供了用密闭的 Tefion PFA 罐微波加热酸消解玉米淀粉的方法。

试剂：HNO_3（70%）

方法：（1）配制 1 + 1 HNO_3。

（2）将 0.5g 样品转移到一个罐中，加入 5mL（1 + 1）HNO_3 溶液，放置安全膜并将安全帽拧紧，将此罐放在微波腔内转盘上，加上排气管。

（3）运转微波系统时，最大排气。

（4）仪器程序：①混合样品加热 5min，功率 35%。

②让样品溶解；保持 5min，

③让样品溶解，冷却至室温，每个罐放气，并稀释适当的浓度。

注：可以根据样品结果的要求，参考微波消解样品程序，来制定消解程序。

果糖

本方法为光谱分析或湿法化学法分析提供了用密闭的 Tefion PFA 罐微波加热酸消解果糖的方法。

试剂：HNO_3（70%）

方法：（1）配制（1 + 1）HNO_3。

（2）将 0.5g 样品转移到一个罐中，加入 5mL（1 + 1）HNO_3 溶液，放置安全膜并将安全帽拧紧，将此罐放在微波腔内转盘上，加上排气管。

（3）运转微波系统时，最大排气。

（4）仪器程序：①混合样品加热 5min，功率 35%，

②让样品溶解，保持 5 min，

③让样品溶解，冷却至室温，每个罐放气，并稀释适当的浓度。

注：可以根据样品结果的要求，参考微波消解样品程序，来制定消解程序。

动物饲料

本方法为光谱分析或湿法化学法分析提供了用密闭的 Tefion PFA 罐微波加热酸消解动物饲料的方法。

试剂：HNO_3（70%），H_3PO_4（85%），H_2O_2（30%）

方法：（1）将0.5g样品转移到一个罐中，加入10mL HNO_3和3mL H_3PO_4溶液，放置安全膜并将安全帽拧紧，将此罐放在微波腔内转盘上，加上排气管。

（2）运转微波系统时，最大排气。

（3）仪器程序：①混合样品加热1min，功率100%，
②让样品溶解，保持5 min，
③混合样品加热13min，功率35%，
④让样品溶解，保持5 min，
⑤混合样品加热5min，功率0%，
⑥让样品溶解，冷却至室温，加1mL H_2O_2
⑦混合样品加热6min，功率100%，
⑧让样品溶解，冷却至室温，每个罐放气，并稀释适当的浓度。

注：可以根据样品结果的要求，参考微波消解样品程序，来制定消解程序。

椰子

本方法为光谱分析或湿法化学法分析提供了用密闭的Tefion PFA罐微波加热酸消解椰子的方法。

试剂：HNO_3（70%），H_2O_2（30%）

方法：（1）将0.5g样品转移到一个罐中，加入10mL HNO_3和1mL H_2O_2溶液，放置安全膜并将安全帽拧紧，将此罐放在微波腔内转盘上，加上排气管。

（2）运转微波系统时，最大排气。

（3）MDS－2000仪器程序

步　骤	1	2	3	4	5
功　率（W）	75	75	75	75	75
压　力（psi）	40	85	135	175	200
工作时间（min）	10	10	10	10	10
保持时间（min）	4	5	5	5	5
排气量（%）	100	100	100	100	100

（4）冷却至室温，加3mL H_2O_2按下程序操作

步　骤	1	2
功　率（W）	75	75
压　力（psi）	150	200
工作时间（min）	15	15
保持时间（min）	4	5
排气量（%）	100	100

（5）让样品溶解，冷却至室温，每个罐放气，并稀释适当的浓度。

注：可以根据样品结果的要求，参考微波消解样品程序，来制定消解程序。

饼

本方法为光谱分析或湿法化学法分析提供了用密闭的Tefion PFA罐微波加热酸消解饼的方法。

试剂：HNO_3（70%）

方法：（1）将0.5g样品转移到一个罐中，加入10mL HNO_3溶液，放置安全膜并将安全帽拧紧，将此

罐放在微波腔内转盘上，加上排气管。

（2）运转微波系统时，最大排气。

（3）MDS－2000 仪器程序

步　骤	1	2	3	4	5
功　　率（W）	80	80	80	80	80
压　　力（psi）	20	40	85	135	200
工作时间（min）	10	10	10	10	10
保持时间（min）	4	5	5	5	5
排气量（%）	100	100	100	100	100

（4）让样品溶解，冷却至室温，每个罐放气，并稀释适当的浓度。

注：可以根据样品结果的要求，参考微波消解样品程序，来制定你的消解程序。

大豆、蚕豆粉（48%蛋白质）

本方法为光谱分析或湿法化学法分析提供了用密闭的 Tefion PFA 罐微波加热酸消解饼的方法。

试剂：HNO_3（70%）

方法：（1）将 0.5g 样品转移到一个罐中，加入 10mL HNO_3 溶液，放置安全膜并将安全帽拧紧，将此罐放在微波腔内转盘上，加上排气管。

（2）运转微波系统时，最大排气。

（3）MDS－2000 仪器程序

步　骤	1	2
功　　率（W）	100	100
压　　力（psi）	85	180
工作时间（min）	10	10
保持时间（min）	3	7
排气量（%）	100	100

（4）让样品溶解，冷却至室温，每个罐放气，并稀释适当的浓度。

注：可以根据样品结果的要求，参考微波消解样品程序，来制定消解程序。

大米、稻茎、稻壳、稻叶、稻根

试剂：HNO_3（70%），H_2O_2（30%）

方法：

（1）称取 0.300g 干燥样品置入 PFA 内罐中，样品尽量放入罐底中心部位，加 3mL　HNO_3，1mL H_2O_2，入该罐内，淹没样品，不要将干样品挂到壁上。

（2）将内罐放入外罐中，盖上内罐盖，放入一片防爆膜，盖上外罐盖，拧紧 ，使其密封。

（3）一个控制罐，不放防爆膜，用于安放测压嘴（接头）并连好压力控制线，用于监控压力状况。

（4）一个为空白罐，试剂量应与样品罐相同。

（5）打开风扇。（如样品量多，需微波能高时可不开风扇，有泄露时再开）

（6）将控制开关，打到程控档。

（7）WR 系列设定程序列表如下：

步骤	设定功率 %（占空比）/瓦	运行时间 s	设定压强 KPa	保持时间 秒
1	100/800	900	1000	60

注：WR－E/C 及 win95/98 版本的 A 型，不设运行时间。

注意：

①本程序是提供应用 WR 系列微波样品处理系统消解样品时的参考。可以根据实际需要修改或为在您的样品中得到要求的结果重编写消解程序。

②力控制罐必须含有样品！选用样品量最大和反应最激烈的样品。

③空白罐不放样品，酸的量和酸的成分必须与待消解的样品中相同空白罐用同样的罐盖，安全膜，和压堵拧紧，密封。

警告：

消解完毕后，将罐冷却至室温，在通风厨中开罐，采取防护措施以免手，眼的伤害。

醋制青豆

试剂：HNO_3（70%高纯 BV－I 级），HF（49%），H_2O_2（30%）

方法：

（1）称取放 0.4 g 样品入 PFA 内罐中，样品尽量放入罐底中心部位，加 5mL HNO_3，0.5mL HF 及 1mL H_2O_2入该罐内，淹没样品，不要将干样品挂到壁上。

（2）将内罐放入外罐中，盖上内罐盖，放入一片防爆膜，盖上外罐盖，拧紧，使其密封。

（3）一个控制罐，不放防爆膜，用于安放测压嘴（接头）并连好压力控制线，用于监控压力状况。

（4）一个为空白罐，试剂量应与样品罐相同。

（5）打开风扇。（如样品量多，需微波能高时可不开风扇，有泄露时再开）

（6）将控制开关，打到程控档。

（7）WR 系列设定程序列表如下：

步骤	设定功率 （%）	设定压力 （Kpa）	保持时间 min
1	50	400	5
2	70	700	5
3	80	900	5
4	90	1100	6
5	5	200	5

注意：

①本程序是提供应用 WR 系列微波样品处理系统消解样品时的参考。可以根据实际需要修改或为在您的样品中得到要求的结果重编写消解程序。

②压力控制罐必须含有样品！选用样品量最大和反应最激烈的样品。

③空白罐不放样品，酸的量和酸的成分必须与待消解的样品中相同空白罐用同样的罐盖，安全膜，和压堵拧紧，密封。

警告：

消解完毕后，将罐冷却至室温，在通风厨中开罐，采取防护措施以手，眼的伤害。

罐头蘑菇、枸杞子、洗面奶、甘草膏

试剂：HNO_3（70% 高纯 BV－I 级），H_2O_2（30%）

方法

（1）称取 0. 2 g 样品入 PFA 内罐中，每种样品放入一个罐。样品尽量放入罐底中心部位，加 5mL HNO_3，和 及 2mL H_2O_2入该罐内，淹没样品，不要将干样品挂到壁上。

（2）将内罐放入外罐中，盖上内罐盖，放入一片防爆膜，盖上外罐盖，拧紧 ，使其密封。

（3）一个控制罐，不放防爆膜，用于安放测压嘴（接头）并连好压力控制线，用于监控压力状况。

（4）一个为空白罐，试剂量应与样品罐相同。

（5）打开风扇。（如样品量多，需微波能高时可不开风扇，有泄露时再开）

（6）将控制开关，打到程控档。

（7）WR 系列设定程序列表如下：

步骤	设定功率 (%)	设定压力 (KPa)	保持时间 min
1	45	350	4
2	70	600	4
3	85	900	4
4	90	1200	6
4	5	200	10

注意：

①本程序是提供应用 WR 系列微波样品处理系统消解样品时的参考。可以根据实际需要修改或为在您的样品中得到要求的结果重编写消解程序。

②压力控制罐必须含有样品！选用样品量最大和反应最激烈的样品。

③空白罐不放样品，酸的量和酸的成分必须与待消解的样品中相同空白罐用同样的罐盖，安全膜，和压堵拧紧，密封。

警告：

消解完毕后，将罐冷却至室温，在通风厨中开罐，采取防护措施以手，眼的伤害。

螺旋藻类

试剂：HNO_3（70% 高纯 BV－I 级），H_2O_2（30%）

程序：（方法）

（1）称取 0. 2 g 样品入 PFA 内罐中，样品尽量放入罐底中心部位，加 4mL　HNO_3 和 2ml H_2O_2入该罐内，淹没样品，不要将干样品挂到壁上。

（2）将内罐放入外罐中，盖上内罐盖，放入一片防爆膜，盖上外罐盖，拧紧 ，使其密封。

（3）一个控制罐，不放防爆膜，用于安放测压嘴（接头）并连好压力控制线，用于监控压力状况。

（4）一个为空白罐，试剂量应与样品罐相同。

（5）打开风扇。（如样品量多，需微波能高时可不开风扇，有泄露时再开）

（6）将控制开关，打到程控档。

（7）WR 系列设定程序列表如下：

步骤	设定功率 %	设定压力 Kpa	保持时间 min
1	50	350	4
2	70	600	5
3	85	1000	5
4	5	200	5

注意：

①本程序是提供应用 WR 系列微波样品处理系统消解样品时的参考。可以根据实际需要修改或为在您的样品中得到要求的结果重编写消解程序。

②压力控制罐必须含有样品！选用样品量最大和反应最激烈的样品。

③空白罐不放样品，酸的量和酸的成分必须与待消解的样品中相同空白罐用同样的罐盖，安全膜，和压堵拧紧，密封。

警告：

消解完毕后，将罐冷却至室温，在通风厨中开罐，采取防护措施以手，眼的伤害。

茶叶（GBW 07605）

试剂：HNO_3（70%），H_2O_2（30%）

方法：

（1）称取 0.200g 干燥样品置入 PFA 内罐中，样品尽量放入罐底中心部位，加 2mL HNO_3，1mL H_2O_2，入该罐内，淹没样品，不要将干样品挂到壁上。

（2）将内罐放入外罐中，盖上内罐盖，放入一片防爆膜，盖上外罐盖，拧紧，使其密封。

（3）一个控制罐，不放防爆膜，用于安放测压嘴（接头）并连好压力控制线，用于监控压力状况。

（4）一个为空白罐，试剂量应与样品罐相同。

（5）打开风扇。（如样品量多，需微波能高时可不开风扇，有泄露时再开）

（6）将控制开关，打到程控档。

（7）WR 系列设定程序列表如下：

步骤	设定功率 %（占空比）	运行时间（s）	设定压力（KPa）	保持时间（s）
1	75	220	600	150
2	90	230	900	200
3	65	150	200	100

注 1：实验结果表明，此种消解条件最佳。

注 2：WR－E 型/C 型及 win95/98 版本的 A 型，不设运行时间。

注意：

①本程序是提供应用 WR 系列微波样品处理系统消解样品时的参考。可以根据实际需要修改或为在您的样品中得到要求的结果重编写消解程序。

②压力控制罐必须含有样品！选用样品量最大和反应最激烈的样品。

③空白罐不放样品，酸的量和酸的成分必须与待消解的样品中相同空白罐用同样的罐盖，安全膜，和压堵拧紧，密封。

警告：

消解完毕后，将罐冷却至室温，在通风厨中开罐，采取防护措施以手，眼的伤害。

中药（牛黄清心丸）

试剂：HNO_3（70%），HCl（37%），H_2O_2（30%）

方法：

（1）称取 0.300g 样品置入 PFA 内罐中，样品尽量放入罐底中心部位，加 4mL HNO_3，1mL H_2O_2，2mL

HCl 入该罐内，淹没样品，不要将干样品挂到壁上。

（2）将内罐放入外罐中，盖上内罐盖，放入一片防爆膜，盖上外罐盖，拧紧，使其密封。

（3）一个控制罐，不放防爆膜，用于安放测压嘴（接头）并连好压力控制线，用于监控压力状况。

（4）一个为空白罐，试剂量应与样品罐相同。

（5）打开风扇。（如样品量多，需微波能高时可不开风扇，有泄露时再开）

（6）将控制开关，打到程控档。

（7）WR 系列设定程序列表如下：

步骤	设定功率（%）（占空比）	运行时间（s）	设定压力（KPa）	保持时间（s）
1	75	300	500	180
2	100	600	800	600
3	100	300	1000	300
4	100	300	1100	300
5	65	300	300	300

注：WR－E/C 及 win95/98 版本的 A 型不设运行时间

注意：

①本程序是提供应用 WR 系列微波样品处理系统消解样品时的参考。可以根据实际需要修改或为在您的样品中得到要求的结果重编写消解程序。

②压力控制罐必须含有样品！选用样品量最大和反应最激烈的样品。

③空白罐不放样品，酸的量和酸的成分必须与待消解的样品中相同空白罐用同样的罐盖，安全膜，和压堵拧紧，密封。

警告：

消解完毕后，将罐冷却至室温，在通风厨中开罐，采取防护措施以手，眼的伤害。

10.5.3　环境与废水

废水（排放水或河川污水）

本方法为光谱分析或湿法化学法分析提供了用密闭的 Tefion PFA 罐微波加热酸消解废水（排放水或河川污水）的方法。

试剂：HNO_3（70%）

方法：（1）将 50.0 g 样品转移到一个罐中，加入 5mL HNO_3 溶液，放置安全膜并将安全帽拧紧，将此罐放在微波腔内转盘上，加上排气管。

（2）运转微波系统时，最大排气。

（3）仪器程序时间及功率如下表

消化罐数量	功率（%）	时间（min）
2	42	30
4	50	30
6	75	30
8	85	30
10	94	30
12	100	30

(4) 让样品溶解，保持 5 min，

(5) 让样品溶解，冷却至室温，每个罐放气，并稀释适当的浓度。

注：可以根据你的样品获得结果的要求，参考微波消解样品程序，来制定消解程序。

废水（排放水或河川污水）

本方法为光谱分析或湿法化学法分析提供了用密闭的 Tefion PFA 罐微波加热酸消解废水（排放水或河川污水）的方法。

试剂：HNO_3（70%），HCl（37%）

方法：(1) 将 50.0 g 样品转移到一个罐中，加入 5mL HNO_3 溶液，放置安全膜并将安全帽拧紧，将此罐放在微波腔内转盘上，加上排气管。

(2) 运转微波系统时，最大排气。

(3) 仪器程序时间及功率如下表

消化罐数量	功率（%）	时间（min）
2	42	30
4	50	30
6	75	30
8	85	30
10	94	30
12	100	30

(4) 让样品溶解，保持 5 min，

(5) 让样品溶解，冷却至室温，每个罐放气，并稀释适当的浓度。

注：可以根据你的样品获得结果的要求，参考微波消解样品程序，来制定消解程序。

废水

试剂：HNO_3（70%），

方法：

(1) 量取 50mL 废水样品入 PFA 内罐中，样品尽量放入罐底中心部位，加 6mL HNO_3。

(2) 将内罐放入外罐中，盖上内罐盖，放入一片防爆膜，盖上外罐盖，拧紧，使其密封。

(3) 一个控制罐，不放防爆膜，用于安放测压嘴（接头）并连好压力控制线，用于监控压力状况。

(4) 一个样品罐应为空白罐，试剂量应与样品罐相同。

(5) 打开风扇。(如样品量多，需微波能高时可不开风扇，有泄露时再开)

(6) 将控制开关，打到程控档。

(7) WR 系列设定程序列表如下：

步骤	设定功率 %	运行时间 分	设定压力 KPa	保持时间 分
1	100	40	600	10
2	5			5

注：WR－E/C 及 win95/98 版本的 A 型不设运行时间

提示：

对于金属含量高的样品，在样品消解前应稀释，分配每份样品为 50mL，并加 5mL 的硝酸按程序进行消解，用这个方法主要是来自工厂，矿厂等的样品。城市污水样品将不需在消解前稀释。

注意：

①本程序是提供应用 WR 系列微波样品处理系统消解样品时的参考。可以根据实际需要修改或为在您的样品中得到要求的结果重编写消解程序。

②力控制罐必须含有样品！选用样品量最大和反应最激烈的样品。

③空白罐不放样品，酸的量和酸的成分必须与待消解的样品中相同空白罐用同样的罐盖，安全膜，和压堵拧紧，密封。

警告：

消解完毕后，将罐冷却至室温，在通风厨中开罐，采取防护措施以手，眼的伤害。

废水

试剂：HNO_3（70%），

方法：

（1）50mL 废水样品入 PFA 内罐中，样品尽量放入罐底中心部位，加 5mL　HNO_3。

（2）一个控制罐，不放防爆膜，用于安放测压嘴（接头）并连好压力控制线，用于监控压力状况。

（3）一个为空白罐，试剂量应与样品罐相同。

（4）打开风扇。（如样品量多，需微波能高时可不开风扇，有泄露时再开）

（5）将控制开关，打到程控档。

（6）WR 系列设定程序列表如下：

步骤	设定功率 (W)	运行时间 (min)	设定压力 (KPa)	保持时间 (min)
1	800	40	600	10
2	0	0	0	5

提示：

对于金属含量高的样品，在样品消解前应稀释，分配每份样品为 50ml，并加 5ml 的 HNO_3 按程序进行消解，用这个方法主要是来自工厂，矿厂等的样品。城市污水样品不需在消解前稀释。

注意：

①本程序是提供应用 WR 系列微波样品处理系统消解样品时的参考。可以根据实际需要修改或为在您的样品中得到要求的结果重编写消解程序。

②压力控制罐必须含有样品！选用样品量最大和反应最激烈的样品。

③空白罐不放样品，酸的量和酸的成分必须与待消解的样品中相同空白罐用同样的罐盖，安全膜，和压堵拧紧，密封。

警告：

消解完毕后，将罐冷却至室温，在通风厨中开罐，采取防护措施以手，眼的伤害。

酯纤维素滤纸

本方法为光谱分析或湿法化学法分析提供了用密闭的 TefionPFA 罐微波加热酸消解酯纤维素滤纸的方法。

试剂：HNO_3（70%），（1 + 1）HNO_3

方法：（1）将 37mm 样品转移到一个罐中，加入 10mL（1 + 1）HNO_3 溶液，放置安全膜并将安全帽拧紧，将此罐放在微波腔内转盘上，加上排气管。

（2）运转微波系统时，最大排气。

（3）仪器程序：①混合样品加热 5min，功率 100%，
②让样品溶解，保持 5 min，
③混合样品加热 5min，功率 0%，
④让样品溶解，保持 5 min，
⑤混合样品加热 5min，功率 100%，
⑥让样品溶解，保持 5 min，
⑦让样品溶解，冷却至室温，每个罐放气，并稀释适当的浓度。

注：可以根据样品结果的要求，参考微波消解样品程序，来制定消解程序。

河沉积物（NBS SRM 1645）

本方法为光谱分析或湿法化学法分析提供了用密闭的 Tefion PFA 罐微波加热酸消解河沉积物（NBS SRM 1645）的方法。

试剂：HNO_3（70%），（1 + 1）HNO_3

方法：（1）将 1g 样品转移到一个罐中，加入 10mL（1 + 1）HNO_3 溶液，放置安全膜并将安全帽拧紧，将此罐放在微波腔内转盘上，加上排气管。
（2）运转微波系统时，最大排气。
（3）仪器程序：①混合样品加热 10min，功率 75%，
②让样品溶解，保持 5 min，
③混合样品加热 50min，功率 55%，
④让样品溶解，保持 5 min，
⑤让样品溶解，冷却至室温，每个罐放气，并稀释适当的浓度。

注：可以根据样品结果的要求，参考微波消解样品程序，来制定消解程序。

淤泥（EPA 消化城市淤泥，干燥）

本方法为光谱分析或湿法化学法分析提供了用密闭的 Tefion PFA 罐微波加热酸消解淤泥（EPA 消化城市淤泥，干燥）的方法。

试剂：HNO_3（70%），（1 + 1）HNO_3

方法：（1）将 1g 样品转移到一个罐中，加入 10mL（1 + 1）HNO_3 溶液，放置安全膜并将安全帽拧紧，将此罐放在微波腔内转盘上，加上排气管。
（2）运转微波系统时，最大排气。
（3）仪器程序：①混合样品加热 30min，功率 50%，
②让样品溶解，保持 5 min，
③混合样品加热 30min，功率 50%，
④让样品溶解，保持 5 min，
⑤让样品溶解，冷却至室温，每个罐放气，并稀释适当的浓度。

注：可以根据你的样品获得结果的要求，参考微波消解样品程序，来制定你的消解程序。

在醋酸纤维素滤纸中的碳微粒

本方法为光谱分析或湿法化学法分析提供了用密闭的 Tefion PFA 罐微波加热酸消解醋酸纤维素滤纸的方法。

试剂：HNO_3（70%），H_2PO_4（85%），H_2SO_4（98%）

方法：（1）将 1g 样品转移到一个罐中，加入 5mL HNO_3 溶液，放置安全膜并将安全帽拧紧，将此罐放在微波腔内转盘上，加上排气管。

（2）运转微波系统时，最大排气。

（3）仪器程序：①混合样品加热 15min，功率 40%，

②让样品溶解，保持 5 min，

③冷却至室温，每个罐放气，并观查溶液情况，如果溶液不含有固体物时，稀适当地浓度。反之，加 5mL　HNO_3，0.5mL　H_2PO_4，5mL　H_2SO_4

④混合样品加热 5min，功率 40%，

⑤让样品溶解，保持 5 min，

⑥混合样品加热 20min，功率 300%，

⑦让样品溶解，保持 5 min，

⑧让样品溶解，冷却至室温，每个罐放气，并稀释适当的浓度。

注：可以根据样品结果的要求，参考微波消解样品程序，来制定消解程序。

乙烯基丙烯基系纤维

本方法为光谱分析或湿法化学法分析提供了用密闭的 Tefion PFA 罐微波加热酸消解乙烯基丙烯基系纤维的方法。

试剂：HNO_3（70%）

方法：（1）将 0.3g 样品转移到一个罐中，加入 5mL HNO_3 溶液，放置安全膜并将安全帽拧紧，将此罐放在微波腔内转盘上，加上排气管。

（2）运转微波系统时，最大排气。

（3）仪器程序：①混合样品加热 5min，功率 85%，

②让样品溶解，保持 5 min，

③混合样品加热 12min，功率 45%，

④让样品溶解，保持 5 min，

⑤让样品溶解，冷却至室温，每个罐放气，并稀释适当的浓度。

注：可以根据你的样品获得结果的要求，参考微波消解样品程序，来制定消解程序。

10.5.4　植物材料

柑桔叶子（NBS SRM 1572）

本方法为光谱分析或湿法化学法分析提供了用密闭的 Tefion PFA 罐微波加热酸消解柑桔叶子（NBS SRM 1572）的方法。

试剂：HNO_3（70%），HF（49%），H_2O_2（30%）

方法(1)：

（1）将 0.5g 样品转移到一个罐中，加入 10mL HNO_3 和 3mL HF 溶液，放置安全膜并将安全帽拧紧，将此罐放在微波腔内转盘上，加上排气管。

（2）运转微波系统时，最大排气。

（3）仪器程序：①混合样品加热 2min，功率 100%，

②让样品溶解，保持 5 min，

③混合样品加热 10min，功率 40%，

④让样品溶解，保持 5 min，
⑤ 混合样品加热 5min，功率 0%，
⑥让样品溶解，冷却至室温，加 5mL H_2O_2
⑦混合样品加热 20min，功率 100%，
⑧让样品溶解，保持 5 min，
⑨让样品溶解，冷却至室温，每个罐放气，并稀释适当的浓度。

注：可以根据样品结果的要求，参考微波消解样品程序，来制定消解程序。

方法(2)：

(1) 将 0.5g 样品转移到一个罐中，加入 10mL HNO_3，放置 30min 后，3mL HCl 溶液，放置安全膜并将安全帽拧紧，将此罐放在微波腔内转盘上，加上排气管。

(2) 运转微波系统时，最大排气。

(3) 仪器程序：①混合样品加热 4min，功率 100%，
②让样品溶解，保持 5 min，
③混合样品加热 8min，功率 50%，
④让样品溶解，保持 5 min，
⑤让样品溶解，冷却至室温，每个罐放气，并稀释适当的浓度。

注：可以根据样品结果的要求，参考微波消解样品程序，来制定消解程序。

蕃茄叶子（NBS SRM 1573）

本方法为光谱分析或湿法化学法分析提供了用密闭的 Tefion PFA 罐微波加热酸消解蕃茄叶子（NBS SRM 1573）的方法。

试剂：HNO_3（70%），HF（49%），H_2O_2（30%）

方法(1)：

(1) 将 0.5g 样品转移到一个罐中，加入 10mL HNO_3 和 3mL HF 溶液，放置安全膜并将安全帽拧紧，将此罐放在微波腔内转盘上，加上排气管。

(2) 运转微波系统时，最大排气。

(3) 仪器程序：①混合样品加热 2min，功率 100%，
②让样品溶解，保持 5 min，
③混合样品加热 10min，功率 40%，
④让样品溶解，保持 5 min，
⑤ 混合样品加热 5min，功率 0%，
⑥让样品溶解，冷却至室温，加 5mL H_2O_2
⑦混合样品加热 20min，功率 100%，
⑧让样品溶解，保持 5 min，
⑨让样品溶解，冷却至室温，每个罐放气，并稀释适当的浓度。

注：可以根据你的样品获得结果的要求，参考微波消解样品程序，来制定消解程序。

方法(2)：

(1) 将 0.5g 样品转移到一个罐中，加入 10mL HNO_3，放置 30min 后，3mL HCl 溶液，放置安全膜并将安全帽拧紧，将此罐放在微波腔内转盘上，加上排气管。

(2) 运转微波系统时，最大排气。

(3) 仪器程序：①混合样品加热 4min，功率 100%，

②让样品溶解，保持 5 min，
③混合样品加热 8min，功率 50%，
④让样品溶解，保持 5 min，
⑤让样品溶解，冷却至室温，每个罐放气，并稀释适当的浓度。

注：可以根据样品结果的要求，参考微波消解样品程序，来制定消解程序。

松树针叶（NBS SRM 1575）

本方法为光谱分析或湿法化学法分析提供了用密闭的 Tefion PFA 罐微波加热酸消解松树针叶（NBS SRM 1575）的方法。

试剂：HNO_3（70%），HCl（30%）

方法：

（1）将 0.5g 粉末样品转移到一个罐中，加入 10mL HNO3，放置 30min 后，3mL HCl 溶液，放置安全膜并将安全帽拧紧，将此罐放在微波腔内转盘上，加上排气管。

（2）运转微波系统时，最大排气。

（3）仪器程序：①混合样品加热 4min，功率 100%，
②让样品溶解，保持 5 min，
③混合样品加热 8min，功率 50%，
④让样品溶解，保持 5 min，
⑤让样品溶解，冷却至室温，每个罐放气，并稀释适当的浓度。

注：可以根据你的样品获得结果的要求，参考微波消解样品程序，来制定消解程序。

木材（黄松）

本方法为光谱分析或湿法化学法分析提供了用密闭的 Tefion PFA 罐微波加热酸消解木材（黄松）的方法。

试剂：HNO_3（70%）

方法：（1）将 1.0g 粉末样品转移到一个罐中，加入 10mL HNO_3 溶液，放置安全膜并将安全帽拧紧，将此罐放在微波腔内转盘上，加上排气管。

（2）运转微波系统时，最大排气。

（3）仪器程序：①混合样品加热 20min，功率 50%，
②让样品溶解，保持 5 min，
③让样品溶解，冷却至室温，每个罐放气，并稀释适当的浓度。

注：可以根据样品结果的要求，参考微波消解样品程序，来制定消解程序。

灵芝

试剂：HNO_3（高纯 BV－I 级）$HClO_4$（优级纯）

（基体改进剂：磷酸二氢铵（$NH_4H_2PO_4$）溶液 4% m/v）

方法：

（1）称取 0.2 g 样品入 PFA 内罐中，样品尽量放入罐。

（2）一个控制罐，不放防爆膜，用于安放测压嘴（接头）并连好压力控制线，用于监控压力状况。

（3）一个为空白罐，试剂量应与样品罐相同。

（4）打开风扇。（如样品量多，需微波能高时可不开风扇，有泄露时再开）

(5) 将控制开关，打到程控档。

(6) WR 系列设定程序列表如下：

步骤	设定功率 (%)（占空比）	运行时间 (s)	设定压力 (KPa)	保持时间 (s)
1	70	180	600	80
2	90	150	900	110
3	65	150	200	130

注：WR－E/C 及 win95/98 版本的 A 型，不设运行时间。

（用该方法消解，在石墨炉原子吸收上测灵芝中铅，相对标准偏差为 4.5%～5.4%，回收率在 100.1%～108.1%）

注意：

①本程序是提供应用 WR 系列微波样品处理系统消解样品时的参考。可以根据实际需要修改或为在您的样品中得到要求的结果重编写消解程序。

②压力控制罐必须含有样品！选用样品量最大和反应最激烈的样品。

③空白罐不放样品，酸的量和酸的成分必须与待消解的样品中相同空白罐用同样的罐盖，安全膜，和压堵拧紧，密封。

警告：

消解完毕后，将罐冷却至室温，在通风厨中开罐，采取防护措施以手，眼的伤害。

10.5.5 陶瓷和无机物

普通水泥（NBS SRM 633，635，636，637）

本方法为光谱分析或湿法化学法分析提供了用密闭的 Tefion PFA 罐微波加热酸消解普通水泥（NBS SRM 633，635，636，637）的方法。

试剂：HNO_3（70%），HF（49%）

方法：(1) 研磨样品为 100 目。

(2) 配制 HNO_3 + HF 为（1 + 1）混酸。

(3) 将 0.1～0.2g 样品转移到一个罐中，加入 5mL 混酸溶液，放置安全膜并将安全帽拧紧，将此罐放在微波腔内转盘上，加上排气管。

(4) 运转微波系统时，最大排气。

(5) 仪器程序：①混合样品加热 2min，功率 100%，

②让样品溶解，保持 5 min，

③让样品溶解，冷却至室温，每个罐放气，并稀释适当的浓度。

注：可以根据样品结果的要求，参考微波消解样品程序，来制定消解程序。

硼硅（酸盐）玻璃纤维制品

本方法为光谱分析或湿法化学法分析提供了用密闭的 Tefion PFA 罐微波加热酸消解硼硅（酸盐）玻璃纤维制品的方法。

试剂：HNO_3（70%），HF（49%），HCl（37%）

方法：(1) 将 1.0g 样品转移到一个罐中，加入 1mL HNO_3，2mL HCl，1mL HF 溶液，放置安全膜并将安全帽拧紧，将此罐放在微波腔内转盘上，加上排气管。

（2）运转微波系统时，最大排气。

（3）仪器程序：①混合样品加热 1min，功率 100%，

②让样品溶解，保持 5 min，

③让样品溶解，冷却至室温，每个罐放气，并稀释适当地浓度。

注：可以根据你的样品获得结果的要求，参考微波消解样品程序，来制定消解程序。

灰渣和纸

本方法为光谱分析或湿法化学法分析提供了用密闭的 Tefion PFA 罐微波加热酸消解灰渣和纸的方法。

试剂：HNO_3（70%），HF（49%），HCl（37%）

方法：（1）配制 HCl + HF = 7 + 3 混酸。

（2）将 1.0g 样品转移到一个罐中，加入 7mL 混酸，3mL HNO_3 溶液，放置安全膜并将安全帽拧紧，将此罐放在微波腔内转盘上，加上排气管。

（3）运转微波系统时，最大排气。

（4）仪器程序：①混合样品加热 2min，功率 100%，

②让样品溶解，保持 5 min，

③让样品溶解，冷却至室温，每个罐放气，并稀释适当的浓度。

注：可以根据样品结果的要求，参考微波消解样品程序，来制定消解程序。

二氧化钛（涂有铝土的）

本方法为光谱分析或湿法化学法分析提供了用密闭的 Tefion PFA 罐微波加热酸消解二氧化钛（涂有铝土的）的方法。

试剂：HNO_3（70%），HF（48%）

方法：（1）将 1.0g 样品转移到一个罐中，加入 5mL HCl，10mL HF，溶液，放置安全膜并将安全帽拧紧，将此罐放在微波腔内转盘上，加上排气管。

（2）运转微波系统时，最大排气。

（3）仪器程序：①混合样品加热 2min，功率 100%，

②让样品溶解，保持 5 min，

③让样品溶解，冷却至室温，每个罐放气，并稀释适当的浓度。

注：可以根据样品结果的要求，参考微波消解样品程序，来制定消解程序。

二氧化钛矿渣

本方法为光谱分析或湿法化学法分析提供了用密闭的 Tefion PFA 罐微波加热酸消解二氧化钛矿渣的方法。

试剂：HNO_3（70%），HF（48%）

方法：

（1）研磨样品至 200 目。

（2）将 1.0g 样品转移到一个罐中，加入 10mL HF，5mL HNO_3 溶液，放置安全膜并将安全帽拧紧，将此罐放在微波腔内转盘上，加上排气管。

（3）运转微波系统时，最大排气。

（4）仪器程序：①混合样品加热 15min，功率 40%，

②让样品溶解，保持 5 min，

③让样品溶解，冷却至室温，每个罐放气，并稀释适当的浓度。

注：可以根据样品结果的要求，参考微波消解样品程序，来制定消解程序。

（白）陶土（用水搅拌或烧成石灰）

本方法为光谱分析或湿法化学法分析提供了用密闭的 Tefion PFA 罐微波加热酸消解（白）陶土（用水搅拌或烧成石灰）的方法。

试剂：HNO_3（70%），HF（49%），HCl（37%），H_3BO_3（2%）

方法：

（1）研磨样品 200 目。

（2）将 0.5g 粉末样品转移到一个罐中，加入 3mL HCl，7mL HF，1mL HNO_3 溶液，放置安全膜并将安全帽拧紧，将此罐放在微波腔内转盘上，加上排气管。

（3）运转微波系统时，最大排气。

（4）仪器程序：①混合样品加热 4min，功率 100%，

②混合样品加热 4min，功率 75%，

③让样品溶解，冷却至室温，加 50mL　2% H_3BO_3

④混合样品加热 5min，功率 100%，

⑤让样品溶解，保持 5 min，

⑥让样品溶解，冷却至室温，每个罐放气，并稀释适当的浓度。

注：可以根据样品结果的要求，参考微波消解样品程序，来制定消解程序。

硼

本方法为光谱分析或湿法化学法分析提供了用密闭的 Tefion PFA 罐微波加热酸消解硼的方法。

试剂：H_2SO_4（98%），HF（48%）

方法：

（1）将 1.0g 样品转移到一个罐中，加入 5mL HF，3mL H_2SO_4 溶液，放置安全膜并将安全帽拧紧，将此罐放在微波腔内转盘上，加上排气管。

（2）运转微波系统时，最大排气。

（3）仪器程序：①混合样品加热 1min，功率 90%，

②让样品溶解，保持 5 min，

③让样品溶解，冷却至室温，每个罐放气，并稀释适当的浓度。

注：可以根据样品结果的要求，参考微波消解样品程序，来制定消解程序。

三氧化二铬

本方法为光谱分析或湿法化学法分析提供了用密闭的 Tefion PFA 罐微波加热酸消解三氧化二铬的方法。

试剂：$HClO_4$（70%）

方法：

（1）将 0.2g 样品转移到一个罐中，加入 10mL　$HClO_4$ 溶液，放置安全膜并将安全帽拧紧，将此罐放在微波腔内转盘上，加上排气管。

（2）运转微波系统时，最大排气。

（3）仪器程序：①混合样品加热 3.5min，功率 80%，

②混合样品加热 30min，功率 25%，

③让样品溶解，保持 5 min，

④让样品溶解，冷却至室温，每个罐放气，并释稀适当的浓度。

注：可以根据样品结果的要求，参考微波消解样品程序，来制定消解程序。

10.5.6　地质矿产

土壤

本方法为光谱分析或湿法化学法分析提供了用密闭的 Tefion PFA 罐微波加热酸消解土壤的方法。

试剂：HNO_3（70%），H_2O_2（30%）

方法：

（1）将 1.0g 样品转移到一个罐中，加入 10mL HNO_3 溶液，放置安全膜并将安全帽拧紧，将此罐放在微波腔内转盘上，加上排气管。

（2）运转微波系统时，最大排气。

（3）仪器程序：①混合样品加热 2.5min，功率 100%，

②混合样品加热 10min，功率 80%，

③让样品溶解，冷却至室温，加 5mL H_2O_2

④混合样品加热 5min，功率 80%，

⑤让样品溶解，保持 5 min，

⑥让样品溶解，冷却至室温，每个罐放气，并稀释适当地浓度。

注：可以根据样品结果的要求，参考微波消解样品程序，来制定消解程序。

土壤（80 目）

试剂：浓 HNO_2（70%），浓 H_2SO_4（98%），HCl（37%），H_3BO_3（2%）

方法：

（1）称取 0.1g 样品入 PFA（或 TFM）内罐中，样品尽量放入罐底中心部位，加 5ml　HNO_3，4ml H_2SO_4，1ml　HCl 入该罐内，淹没样品，不要将干样品挂到壁上。

（2）将内罐放入外罐中，盖上内罐盖，放入一片防爆膜，盖上外罐盖，拧紧 ，使其密封。

（3）一个控制罐，不放防爆膜，用于安放测压嘴（接头）并连好压力控制线，用于监控压力状况。

（4）一个为空白罐，试剂量应与样品罐相同。

（5）打开风扇。（如样品量多，需微波能高时可不开风扇，有泄露时再开）

（6）将控制开关，打到程控档。

（7）WR 系列设定程序列表如下：

步骤	设定功率（%）（占空比）	设定压力（KPa）	保持时间 min
1	60	500	10
2	100	1000	10
3	0	0	

（8）如果硅元素是被检测的，冷却到室温，开罐后，加 2.0 g　H_3BO_3 到每个罐中 .

让 H_3BO_3（或 4%浓度溶液）混合好。

注意：

①本程序是提供应用 WR 系列微波样品处理系统消解样品时的参考。可以根据实际需要修改或为在您的样品中得到要求的结果重编写消解程序。

②压力控制罐必须含有样品！选用样品量最大和反应最激烈的样品。

③空白罐不放样品，酸的量和酸的成分必须与待消解的样品中相同空白罐用同样的罐盖，安全膜，和压堵拧紧，密封。

警告：

消解完毕后，将罐冷却至室温，在通风厨中开罐，采取防护措施以手，眼的伤害。

土壤

试剂：HNO_3（70%分析纯）H_2SO_4（98%分析纯）

方法：

（1）称取 0.200 g 样品入 PFA 内罐中，样品尽量放入罐底中心部位，加 4mL HNO_3，和 4mL 浓 H_2SO_4 入该罐内，淹没样品，不要将干样品挂到壁上。

（2）将内罐放入外罐中，盖上内罐盖，放入一片防爆膜，盖上外罐盖，拧紧 ，使其密封。

（3）一个控制罐，不放防爆膜，用于安放测压嘴（接头）并连好压力控制线，用于监控压力状况。

（4）一个为空白罐，试剂量应与样品罐相同。

（5）打开风扇。（如样品量多，需微波能高时可不开风扇，有泄露时再开）

（6）将控制开关，打到程控档。

（7）WR 系列设定程序列表如下：

步骤	设定功率（%）（占空比）	运行时间（s）	设定压力（Kpa）	保持时间（s）
1	75	100	700	50
2	100	700	1100	600
3	50	100	200	50

注：WR－E/C 及 win95/98 版本的 A 型不设运行时间。

（8）冷却后，将消解液过滤、氧化，（测定后，与传统方法平均值比较，偏差为 0.47mg/Kg ，标准偏差为 0.77%，回收率在 97.5%～99.0%之间 .）

注意：

①本程序是提供应用 WR 系列微波样品处理系统消解样品时的参考。可以根据实际需要修改或为在您的样品中要求的结果重编写消解程序。

②压力控制罐必须含有样品！选用样品量最大和反应最激烈的样品。

③空白罐不放样品，酸的量和酸的成分必须与待消解的样品中相同空白罐用同样的罐盖，安全膜，和压堵拧紧，密封。

警告：

消解完毕后，将罐冷却至室温，在通风厨中开罐，采取防护措施以手，眼的伤害。

土壤（粒径 0.08mm）

试剂：HNO_3（70%），HCl（37%），HF（49%），$HClO_4$，ETDA

方法：

（1）称取 0.100g 土壤样品置入 PFA 内罐中，样品尽量放入罐底中心部位，加 1mL HNO_3，1mL HCl 0.6mL HF ，0.5mL $HClO_4$ 入该罐内，淹没样品，不要将干样品挂到壁上，在水平方向上充分摇匀；

（2）将内罐放入外罐中，盖上内罐盖，放入一片防爆膜，盖上外罐盖，拧紧 ，使其密封。

（3）一个控制罐，不放防爆膜，用于安放测压嘴（接头）并连好压力控制线，用于监控压力状况。

（4）一个为空白罐，试剂量应与样品罐相同。

（5）打开风扇。（如样品量多，需微波能高时可不开风扇，有泄露时再开）

（6）将控制开关，打到程控档。

（7）WR 系列设定程序列表如下：

步骤	设定功率（%）（占空比）/瓦	运行时间（s）	设定压力（KPa）	保持时间（s）
1	70/550	700	400	300
2	80/650	500	600	300
3	95/750	500	800	300
4	95/750	500	1000	300
5	25/200	300	100	200

注：WR－E/C 及 win95/98 版本的 A 型，不设运行时间。

（8）在内罐中加 3.0 ml 0.165 %ETDA 溶液，再按上述程序消解一遍。

（9）冷却后加 6ml 4.4%（H_3BO_3），用于络合过量的 HF。

（10）用高纯水定容至 50.0mL（或者不加 H_3BO_3，冷却至室温后，转移至 50mL 聚四氟乙烯烧杯中，在电热板上赶酸，蒸至近干，用 1%　HNO_3 温热浸取，定容至 50.0mL）

注意：

①本程序是提供应用 WR 系列微波样品处理系统消解样品时的参考。可以根据实际需要修改或为在您的样品中得到要求的结果重编写消解程序。

②压力控制罐必须含有样品！选用样品量最大和反应最激烈的样品。

③空白罐不放样品，酸的量和酸的成分必须与待消解的样品中相同空白罐用同样的罐盖，安全膜，和压堵拧紧，密封。

警告：

消解完毕后，将罐冷却至室温，在通风厨中开罐，采取防护措施以手，眼的伤害。

二氧化硅

本方法为光谱分析或湿法化学法分析提供了用密闭的 Tefion PFA 罐微波加热酸消解二氧化硅的方法。

试剂：HNO_3（70%），HF（48%）

方法：

（1）研磨样品 50 目。

（2）将 1.0g 样品转移到一个罐中，加入 15mL HF，3mL HNO_3 溶液，放置安全膜并将安全帽拧紧，将此罐放在微波腔内转盘上，加上排气管。

（3）运转微波系统时，最大排气。

（4）仪器程序：①混合样品加热 25min，功率 60%，

②混合样品加热 6min，功率 100%，

③让样品溶解，保持 5 min，

④让样品溶解，冷却至室温，每个罐放气，并稀释适当的浓度。

注：可以根据你的样品获得结果的要求，参考微波消解样品程序，来制定消解程序。

铂铱矿石

本方法为光谱分析或湿法化学法分析提供了用密闭的 Tefion PFA 罐微波加热酸消解铂铱矿石的方法。

试剂：HNO_3（70%），HCl（37%）

方法：

（1）研磨样品至350目，配 HNO_3 + HCl 为3 + 1混酸。

（2）将5~8g样品转移到一个罐中，加入65mL王水溶液，放置安全膜并将安全帽拧紧，将此罐放在微波腔内转盘上，加上排气管。

（3）运转微波系统时，最大排气。

（4）仪器程序：①混合样品加热12min，功率90%，

②混合样品加热6min，功率100%，

③混合样品加热45min，功率80%，

④让样品溶解，保持5 min，

⑤让样品溶解，冷却至室温，每个罐放气，并稀释适当的浓度。

注：可以根据样品结果的要求，参考微波消解样品程序，来制定消解程序。

镍矿石

本方法为光谱分析或湿法化学法分析提供了用密闭的Tefion PFA罐微波加热酸消解镍矿石的方法。

试剂：HNO_3（70%），HCl（37%）

方法：

（1）研磨样品350目。

（2）将0.3g样品转移到一个罐中，加入5mL HNO_3 溶液，放置安全膜并将安全帽拧紧，将此罐放在微波腔内转盘上，加上排气管。

（3）运转微波系统时，最大排气。

（4）仪器程序：①混合样品加热3min，功率40%，

②让样品溶解，冷却至室温，加3mL　HCl

③混合样品加热10min，功率40%，

④让样品溶解，保持5 min，

⑤让样品溶解，冷却至室温，每个罐放气，并稀释适当的浓度。

注：可以根据样品结果的要求，参考微波消解样品程序，来制定消解程序。

冷却塔水垢

本方法为光谱分析或湿法化学法分析提供了用密闭的Tefion PFA罐微波加热酸消解镍矿石的方法。

试剂：HNO_3（70%），HCl（37%），HF（49%）

方法：

（1）将0.3g样品转移到一个罐中，加入10mL HNO_3，2mL HCl，2mL HF溶液，放置安全膜并将安全帽拧紧，将此罐放在微波腔内转盘上，加上排气管。

（2）运转微波系统时，最大排气。

（3）仪器程序：①混合样品加热3min，功率100%，

②让样品溶解，保持5 min，

③让样品溶解，冷却至室温，每个罐放气，并稀释适当的浓度。

注：可以根据样品结果的要求，参考微波消解样品程序，来制定消解程序。

沸石催化剂

本方法为光谱分析或湿法化学法分析提供了用密闭的Tefion PFA罐微波加热酸消解沸石催化剂的方

法。

试剂：HNO_3（70%），HF（49%），HCl（37%），H_3BO_3（2%）

方法：

（1）将 0.5g 粉末样品转移到一个罐中，加入 3mL HCl，2mL HNO_3 溶液，放置安全膜并将安全帽拧紧，将此罐放在微波腔内转盘上，加上排气管。

（2）运转微波系统时，最大排气。

（3）仪器程序：①混合样品加热 2.5min，功率 100%，

②混合样品加热 15min，功率 65%，

③让样品溶解，冷却至室温，加 8mL 2% H_3BO_3

④混合样品加热 10min，功率 100%，

⑤让样品溶解，保持 5 min，

⑥让样品溶解，冷却至室温，每个罐放气，并稀适当的浓度。

注：可以根据样品结果的要求，参考微波消解样品程序，来制定消解程序。

贵重金属矿石（Au、Ag、Pt、Pd）

本方法为光谱分析或湿法化学法分析提供了用密闭的 Tefion PFA 罐微波加热酸消解贵重金属矿石（金、银、白金、钯金）的方法。

试剂：HNO_3（70%），HCl（37%）

方法：

（1）研磨样品至 350 目，配 HNO_3 + HCl 为 3 + 1 混酸。

（2）将 10g 样品转移到一个罐中，加入 30mL 王水溶液，放置安全膜并将安全帽拧紧，将此罐放在微波腔内转盘上，加上排气管。

（3）运转微波系统时，最大排气。

（4）仪器程序：①混合样品加热 3min，功率 100%，

②混合样品加热 20min，功率 50%，

③让样品溶解，保持 5 min，

④让样品溶解，冷却至室温，每个罐放气，并稀释适当的浓度。

注：可以根据样品结果的要求，参考微波消解样品程序，来制定消解程序。

三氧化二铝（NBS SRM 699）

本方法为光谱分析或湿法化学法分析提供了用密闭的 Tefion PFA 罐微波加热酸消解三氧化二铝（NBS SRM 699）的方法。

试剂：HNO_3（70%），HCl（37%）

方法：

（1）配 HNO_3 + HCl 为（3 + 1）的混酸。

（2）将 0.5g 样品转移到一个罐中，加入 10mL 王水溶液，放置安全膜并将安全帽拧紧，将此罐放在微波腔内转盘上，加上排气管。

（3）运转微波系统时，最大排气。

（4）仪器程序：①混合样品加热 4min，功率 70%，

②让样品溶解，保持 5 min，

③如果样品没有全部溶解，继续第一、二步，直到样品完全消解。

④让样品溶解，冷却至室温，每个罐放气，并稀释适当地浓度。

注：可以根据样品结果的要求，参考微波消解样品程序，来制定消解程序。

干燥原煤

试剂：HNO_3（70%高纯 BV－I级）$HClO_4$（70%优级纯），HCl（37%）

方法：

（1）取 0.500g 样品入 PFA 内罐中，样品尽量放入罐底中心部位，加 9mL HNO_3 + 3mL HCl + 0.5mL $HClO_4$入该罐内，淹没样品，不要将干样品挂到壁上。

（2）将内罐放入外罐中，盖上内罐盖，放入一片防爆膜，盖上外罐盖，拧紧，使其密封。

（3）一个控制罐，不放防爆膜，用于安放测压嘴（接头）并连好压力控制线，用于监控压力状况。

（4）一个为空白罐，试剂量应与样品罐相同。

（5）打开风扇。（如样品量多，需微波能高时可不开风扇，有泄露时再开）

（6）将控制开关，打到程控档。

（7）WR 系列设定程序列表如下：

步骤	设定功率（%）（占空比）	运行时间（s）	设定压力（KPa）	保持时间（s）
1	65%	450	500	200
2	90%	550	800	300
3	100%	550	1100	300
4	50%	250	200	200

注：WR－E/C 及 win95/98 版本的 A 型，不设运行时间。

注意：

①本程序是提供应用 WR 系列微波样品处理系统消解样品时的参考。可以根据实际需要修改或为在您的样品中得到要求的结果重编写消解程序。

②压力控制罐必须含有样品！选用样品量最大和反应最激烈的样品。

③空白罐不放样品，酸的量和酸的成分必须与待消解的样品中相同空白罐用同样的罐盖，安全膜，和压堵拧紧，密封。

警告：

消解完毕后，将罐冷却至室温，在通风厨中开罐，采取防护措施以手，眼的伤害。

10.5.8 金属

氧化铁、锶铁

本方法为光谱分析或湿法化学法分析提供了用密闭的 TefionPFA 罐微波加热酸消解氧化铁、锶铁的方法。

试剂：HCl（85%）

方法：

（1）将 0.5g 样品转移到一个罐中，加入 10mL HCl 溶液，放置安全膜并将安全帽拧紧，将此罐放在微波腔内转盘上，加上排气管。

（2）运转微波系统时，最大排气。

（3）仪器程序：①混合样品加热 3min，功率 100%，

②让样品溶解，保持 5 min，

③让样品溶解，冷却至室温，每个罐放气，并稀释适当的浓度。

注：可以根据样品结果的要求，参考微波消解样品程序，来制定消解程序。

铁矿石

本方法为光谱分析或湿法化学法分析提供了用密闭的 Tefion PFA 罐微波加热酸消解铁矿石的方法。

试剂：HCl（85%）

方法：

（1）将 0.5g 样品转移到一个罐中，加入 10mL HCl 溶液，放置安全膜并将安全帽拧紧，将此罐放在微波腔内转盘上，加上排气管。

（2）运转微波系统时，最大排气。

（3）仪器程序：①混合样品加热 45min，功率 25%，

②让样品溶解，保持 5 min，

③让样品溶解，冷却至室温，每个罐放气，并稀释适当的浓度。

注：可以根据样品结果的要求，参考微波消解样品程序，来制定消解程序。

不锈钢合金

本方法为光谱分析或湿法化学法分析提供了用密闭的 Tefion PFA 罐微波加热酸消解不锈钢合金的方法。

试剂：HNO_3（70%），HF（48%）

方法：

（1）配 $HNO_3 + HF + H_2O$ 为（1 + 1 + 1）混合溶液。

（2）将 1.0g 样品转移到一个罐中，加入 20mL 混合溶液，放置安全膜并将安全帽拧紧，将此罐放在微波腔内转盘上，加上排气管。

（3）运转微波系统时，最大排气。

（4）仪器程序：①混合样品加热 15min，功率 30%，

②混合样品加热 15min，功率 50%，

③混合样品加热 30min，功率 40%，

④让样品溶解，保持 5 min，

⑤让样品溶解，冷却至室温，每个罐放气，并稀释适当的浓度。

注：可以根据样品结果的要求，参考微波消解样品程序，来制定消解程序。

铜渣、铅渣、钢渣

本方法为光谱分析或湿法化学法分析提供了用密闭的 Tefion PFA 罐微波加热酸消解铜渣、铅渣、钢渣的方法。

试剂：HNO_3（70%），HF（48%），HCl（37%），H_3BO_3（1.5%）

方法：

（1）研磨样品为 100 目，配 HCl + HF 为（7 + 3）混合溶液。

（2）将 0.2g 样品转移到一个罐中，加入 5mL 混合溶液和 2mL　HNO_3，放置安全膜并将安全帽拧紧，将此罐放在微波腔内转盘上，加上排气管。

（3）运转微波系统时，最大排气。

(4) 仪器程序：①混合样品加热 2min，功率 100%，
②让样品溶解，冷却至室温，加 20mL H_3BO_3
③混合样品加热 3min，功率 100%，
④让样品溶解，保持 5 min，
⑤让样品溶解，冷却至室温，每个罐放气，并稀释适当的浓度。

注：可以根据样品结果的要求，参考微波消解样品程序，来制定消解程序。

镍铬合金

本方法为光谱分析或湿法化学法分析提供了用密闭的 Tefion PFA 罐微波加热酸消解镍铬合金的方法。

试剂：HNO_3（70%），HF（48%）

方法：

(1) 配 $HNO_3 + HF + H_2O$ 为（1 + 1 + 1）混合溶液。

(2) 将 0.4g 样品转移到一个罐中，加入 10mL 混合溶液和 2mL HNO_3，放置安全膜并将安全帽拧紧，将此罐放在微波腔内转盘上，加上排气管。

(3) 运转微波系统时，最大排气。

(4) 仪器程序：①混合样品加热 5min，功率 100%，
②让样品溶解，冷却至室温，加 10mL 水，
③混合样品加热 3min，功率 50%，
④让样品溶解，保持 5 min，
⑤让样品溶解，冷却至室温，每个罐放气，并稀释适当的浓度。

注：可以根据样品结果的要求，参考微波消解样品程序，来制定消解程序。

铅切屑

本方法为光谱分析或湿法化学法分析提供了用密闭的 TefionPFA 罐微波加热酸消解铅切屑的方法。

试剂：HCl（37%）

方法：

(1) 将 6.0g 样品转移到一个罐中，加入 10mL（1 + 4）$HNO_3 + H_2O$ 溶液，放置安全膜并将安全帽拧紧，将此罐放在微波腔内转盘上，加上排气管。

(2) 运转微波系统时，最大排气。

(3) 仪器程序：①混合样品加热 1min，功率 100%，
②混合样品加热 1min，功率 0%，
③混合样品加热 1min，功率 100%，
④让样品溶解，保持 5 min，
⑤让样品溶解，冷却至室温，每个罐放气，并稀释适当的浓度。

注：可以根据样品结果的要求，参考微波消解样品程序，来制定消解程序。

贵重金属悬浮物富集

本方法为光谱分析或湿法化学法分析提供了用密闭的 Tefion PFA 罐微波加热酸消解铜渣、铅渣、钢渣的方法。

试剂：HNO_3（70%），HCl（37%），王水

方法：

（1）将 0.3g 样品转移到一个罐中，加入 10mL 王水溶液，放置安全膜并将安全帽拧紧，将此罐放在微波腔内转盘上，加上排气管。

（2）运转微波系统时，最大排气。

（3）仪器程序：①混合样品加热 6min，功率 50%，

②让样品溶解，冷却至室温，

③ 让样品溶解，保持 5 min，

④让样品溶解，冷却至室温，每个罐放气，并稀适当地浓度。

注：可以根据样品结果的要求，参考微波消解样品程序，来制定消解程序。

五氧化铌

本方法为光谱分析或湿法化学法分析提供了用密闭的 Tefion PFA 罐微波加热酸消解五氧化铌的方法。

试剂：HNO_3（70%），HF（49%）

方法：

（1）配 HNO3 + HF 为 1 + 5 混合溶液。

（2）将 0.3g 样品转移到一个罐中，加入 3mL 混合溶液，放置安全膜并将安全帽拧紧，将此罐放在微波腔内转盘上，加上排气管。

（3）运转微波系统时，最大排气。

（4）仪器程序：①混合样品加热 10min，功率 75%，

②让样品溶解，保持 5 min，

③让样品溶解，冷却至室温，每个罐放气，并稀释适当的浓度。

注：可以根据样品结果的要求，参考微波消解样品程序，来制定消解程序。

钢铁、合金

试剂：HNO_3（70%），HCl（37%）

方法：

（1）称取 0.500g 试样置入 PFA 内罐中，样品尽量放入罐底中心部位，加 2ml　HNO_3，6ml HCl，入该罐内，淹没样品，不要将干样品挂到壁上。

将内罐放入外罐中，盖上内罐盖，放入一片防爆膜，盖上外罐盖，拧紧 ，使其密封。

（2）一个控制罐，不放防爆膜，用于安放测压嘴（接头）并连好压力控制线，用于监控压力状况。

（3）样品罐应为空白罐，试剂量应与样品罐相同。

（4）打开风扇。（如样品量多，需微波能高时可不开风扇，有泄露时再开）

（5）将控制开关，打到程控档。

（6）WR 系列设定程序列表如下：

步骤	设定功率（%）（占空比）/瓦	运行时间（s）	设定压力（KPa）	保持时间（s）
1	100/800 瓦	180	900	60
2	75/600 瓦	180	900	60

注：WR - E/C 及 win95/98 版本的 A 型不设运行时间

注意：

①本程序是提供应用 WR 系列微波样品处理系统消解样品时的参考。可以根据实际需要修改或为在您的样品中得到要求的结果重编写消解程序。

②压力控制罐必须含有样品！选用样品量最大和反应最激烈的样品。

③空白罐不放样品，酸的量和酸的成分必须与待消解的样品中相同空白罐用同样的罐盖，安全膜，和压堵拧紧，密封。

警告：

消解完毕后，将罐冷却至室温，在通风厨中开罐，采取防护措施以手，眼的伤害。

10.5.9 有机物和聚合物

乙酸纤维制品

本方法为光谱分析或湿法化学法分析提供了用密闭的 Tefion PFA 罐微波加热酸消解乙酸纤维制品的方法。

试剂：HNO_3（70%）

方法：

（1）配 $HNO_3 + H_2O$ 为（1 + 5）混合溶液。

（2）将 0.1g 样品转移到一个罐中，加入 10mL 混合溶液，放置安全膜并将安全帽拧紧，将此罐放在微波腔内转盘上，加上排气管。

（3）运转微波系统时，最大排气。

（4）仪器程序：①混合样品加热 5min，功率 100%，

②让样品溶解，保持 5 min，

③混合样品加热 5min，功率 100%，

④ 让样品溶解，保持 5 min，

⑤混合样品加热 5min，功率 100%，

⑥让样品溶解，保持 5 min，

⑦让样品溶解，冷却至室温，每个罐放气，并稀释适当的浓度。

注：可以根据样品结果的要求，参考微波消解样品程序，来制消解程序。

有机色素

本方法为光谱分析或湿法化学法分析提供了用密闭的 Tefion PFA 罐微波加热酸消解有机色素的方法。

试剂：HNO_3（70%），H_2O_2（30%）

方法：

（1）将 0.5g 样品转移到一个罐中，加入 5mL HNO_3 溶液，放置安全膜并将安全帽拧紧，将此罐放在微波腔内转盘上，加上排气管。

（2）运转微波系统时，最大排气。

（3）仪器程序：①混合样品加热 5min，功率 50%，

②让样品溶解，冷却至室温，加 5mL H_2O_2

③混合样品加热 7min，功率 30%，

④让样品溶解，保持 5 min，

⑤让样品溶解，冷却至室温，每个罐放气，并稀释适当的浓度。

注：可以根据样品结果的要求，参考微波消解样品程序，来制定消解程序。

天然油

本方法为光谱分析或湿法化学法分析提供了用密闭的 Tefion PFA 罐微波加热酸消解天然油的方法。

试剂：HNO_3（70%）

方法：

（1）将 0.1g 样品转移到一个罐中，加入 2mL HNO_3 溶液，放置安全膜并将安全帽拧紧，将此罐放在微波腔内转盘上，加上排气管。

（2）运转微波系统时，最大排气。

（3）仪器程序：①混合样品加热 3min，功率 50%，

②让样品溶解，保持 5 min，

③让样品溶解，冷却至室温，每个罐放气，并稀释适当的浓度。

注：可以根据样品结果的要求，参考微波消解样品程序，来制定消解程序。

油田钻泥浆

本方法为光谱分析或湿法化学法分析提供了用密闭的 Tefion PFA 罐微波加热酸消解油田钻泥浆的方法。

试剂：HNO_3（70%）

方法：

（1）将 0.5g 样品转移到一个罐中，加入 10mL HNO_3 溶液，放置安全膜并将安全帽拧紧，将此罐放在微波腔内转盘上，加上排气管。

（2）运转微波系统时，最大排气。

（3）仪器程序：①混合样品加热 12min，功率 50%，

②让样品溶解，保持 5 min，

③让样品溶解，冷却至室温，每个罐放气，并稀释适当的浓度。

注：可以根据样品结果的要求，参考微波消解样品程序，来制定消解程序。

油（NBS SRM 1084，1085）

本方法为光谱分析或湿法化学法分析提供了用密闭的 Tefion PFA 罐微波加热酸消解油（NBS SRM 1084，1085）的方法。

试剂：HNO_3（70%）

方法：

（1）将 0.5g 样品转移到一个罐中，加入 10mL HNO_3 溶液，放置安全膜并将安全帽拧紧，将此罐放在微波腔内转盘上，加上排气管。

（2）运转微波系统时，最大排气。

（3）仪器程序：①如下

程序 1		程序 2	
时间（min）	功率（%）	时间（min）	功率（%）
6	100	2	0
2	100	3	0
6	100	3	0
7	100	4	0
8	100	4	0
10	100	冷却至室温	

②让样品溶解，冷却至室温，每个罐放气，并稀释适当的浓度。

注：可以根据样品结果的要求，参考微波消解样品程序，来制定消解程序。

70# 90#汽油

试剂：HNO_3（70%）（优级纯），HCl（37%优级纯）去离子水

方法：

（1）10.00ml 汽油干燥样品置入 PFA 内罐中，样品尽量放入罐底中心部位，加 1 + 1 硝酸 5mL，

（2）将内罐放入外罐中，盖上内罐盖，放入一片防爆膜，盖上外罐盖，拧紧，使其密封，

（3）一个控制罐，不放防爆膜，用于安放测压嘴（接头）并连好压力控制线，用于监控压力状况。

（4）一个为空白罐，试剂量应与样品罐相同．

（5）打开风扇．（如样品量多，需微波能高时可不开风扇，有泄露时再开）

（6）将控制开关，打到程控档．

（7）WR 系列设定程序列表如下：

步骤	设定功率（%）（占空比）/瓦	运行时间（s）	设定压力（KPa）	保持时间（s）
1	85/700	200	750	100
2	65/500	300	900	300
3	50/400	400	1050	300
4	15/100	200	600	200

注：①实验结果表明，此种消解条件最佳．

②WR－E/C 及 winp5/98 版本的 A 型不设运行时间。

注意：

（1）本程序是提供应用 WR 系列微波样品处理系统消解样品时的参考。可以根据实际需要修改或为在您的样品中得到要求的结果重编写消解程序。

（2）压力控制罐必须含有样品！选用样品量最大和反应最激烈的样品。

（3）空白罐不放样品，酸的量和酸的成分必须与待消解的样品中相同空白罐用同样的罐盖，安全膜，和压堵拧紧，密封。

警告：

消解完毕后，将罐冷却至室温，在通风厨中开罐，采取防护措施以手，眼的伤害。

聚乙烯

本方法为光谱分析或湿法化学法分析提供了用密闭的 Tefion PFA 罐微波加热酸消解聚乙烯的方法。

试剂：HNO_3（70%），H_2SO_4（95%）

方法：

（1）将 0.5g 样品转移到一个罐中，加入 5mL HNO_3 溶液，放置安全膜并将安全帽拧紧，将此罐放在微波腔内转盘上，加上排气管。

（2）运转微波系统时，最大排气。

（3）仪器程序：①混合样品加热 15min，功率 75%，

②让样品溶解，冷却至室温，加 5mL HNO_3

③混合样品加热 30min，功率 100%，

④让样品溶解，保持 5 min，

⑤让样品溶解，冷却至室温，每个罐放气，并稀释适当的浓度。

注：可以根据样品结果的要求，参考微波消解样品程序，来制定消解程序。

聚酯

本方法为光谱分析或湿法化学法分析提供了用密闭的 TefionPFA 罐微波加热酸消解聚酯的方法。

试剂：HNO_3（70%），H_2SO_4（98%）

方法：

（1）将 1.0g 样品转移到一个罐中，加入 3mL HNO_3 和 8mL HSO_4 溶液，放置安全膜并将安全帽拧紧，将此罐放在微波腔内转盘上，加上排气管。

（2）运转微波系统时，最大排气。

（3）仪器程序：①混合样品加热 20min，功率 35%，

②让样品溶解，冷却至室温，加 5mL HNO_3，

③混合样品加热 20min，功率 35%，

④让样品溶解，保持 5 min，

⑤让样品溶解，冷却至室温，每个罐放气，并稀释适当的浓度。

注：可以根据样品结果的要求，参考微波消解样品程序，来制定消解程序。

ABS 塑料

本方法为光谱分析或湿法化学法分析提供了用密闭的 Tefion PFA 罐微波加热酸消解聚酯的方法。

试剂：HNO_3（70%），H_2SO_4（95%），HF（30%）

方法：

（1）配 $HNO_3 + HSO_4$ 为（3 + 8）混酸。

（2）将 1.0g 样品转移到一个罐中，加入 13mL（3 + 8）$HNO_3 + H_2SO_4$ 溶液，放置安全膜并将安全帽拧紧，将此罐放在微波腔内转盘上，加上排气管。

（3）运转微波系统时，最大排气。

（4）仪器程序：①混合样品加热 15min，功率 35%，

②让样品溶解，冷却至室温，加 6mL HNO_3

③混合样品加热 30min，功率 35%，如未完继续（1）－（3）步。

④ 让样品溶解，保持 5 min，

⑤让样品溶解，冷却至室温，每个罐放气，并稀释至适当浓度。

注：可以根据样品结果的要求，参考微波消解样品程序，来制定消解程序。

聚丙烯、聚乙烯

本方法为光谱分析或湿法化学法分析提供了用密闭的 Tefion PFA 罐微波加热酸消解聚丙稀、聚乙烯的方法。

试剂：HNO_3（70%），H_2SO_4（98%）

方法：

（1）将 1.0g 样品转移到一个罐中，加入 3mL HNO_3 和 8mL H_2SO_4 溶液，放置安全膜并将安全帽拧紧，将此罐放在微波腔内转盘上，加上排气管。

（2）运转微波系统时，最大排气。

（3）仪器程序：①混合样品加热 10min，功率 35%，

②让样品溶解，冷却至室温，加 5mLHNO_3，

③混合样品加热 20min，功率 35%，

④让样品溶解，保持 5 min，

⑤让样品溶解，冷却至室温，每个罐放气，并稀释至适当的浓度。

注：可以根据样品结果的要求，参考微波消解样品程序，来制定消解程序。

环氧树脂石墨复合物

本方法为光谱分析或湿法化学法分析提供了用密闭的 TefionPFA 罐微波加热酸消解环氧树脂石墨复合物的方法。

试剂：HNO_3（70%）

方法：

（1）将 1.0g 样品转移到一个罐中，加入 10mL HNO_3 溶液，放置安全膜并将安全帽拧紧，将此罐放在微波腔内转盘上，加上排气管。

（2）运转微波系统时，最大排气。

（3）仪器程序：①混合样品加热 3min，功率 100%，

②混合样品加热 8min，功率 65%，

③混合样品加热 8min，功率 65%，

④让样品溶解，保持 5 min，

⑤让样品溶解，冷却至室温，每个罐放气，并稀释至适当的浓度。

注：可以根据样品结果的要求，参考微波消解样品程序，来制定消解程序。

尼龙 66

本方法为光谱分析或湿法化学法分析提供了用密闭的 Tefion PFA 罐微波加热酸消解尼龙 66 的方法。

试剂：HNO_3（70%）

方法：

（1）将 1.0g 样品转移到一个罐中，加入 10mL HNO_3 溶液，放置安全膜并将安全帽拧紧，将此罐放在微波腔内转盘上，加上排气管。

（2）运转微波系统时，最大排气。

（3）仪器程序：①混合样品加热 0.5min，功率 100%，

②混合样品加热 4min，功率 55%，

③让样品溶解，保持 5 min，

④让样品溶解，冷却至室温，每个罐放气，并稀释至适当的浓度。

注：可以根据样品结果的要求，参考微波消解样品程序，来制定消解程序。

感光性树脂

本方法为光谱分析或湿法化学法分析提供了用密闭的 Tefion PFA 罐微波加热酸消解感光性树脂的方法。

试剂：HNO_3（70%），H_2SO_4（98%）

方法：

（1）将 2.0g 干燥样品转移到一个罐中，并小心加入 3mL HNO_3 和 7mL H_2SO_4 溶液，放置安全膜并将安全帽拧紧，将此罐放在微波腔内转盘上，加上排气管。

（2）运转微波系统时，最大排气。

（3）仪器程序：①混合样品加热 10min，功率 35%，

②让样品溶解，冷却至室温，加 5mL HNO_3

③混合样品加热 20min，功率 35%，

④让样品溶解，保持 5 min，

⑤让样品溶解，冷却至室温，每个罐放气，并稀释至适当的浓度。

注：可以根据样品结果的要求，参考微波消解样品程序，来制定消解程序。

残留油（NBS SRM 1634b）

本方法为光谱分析或湿法化学法分析提供了用密闭的 Tefion PFA 罐微波加热酸消解残留油（NBS SRM 1634b）的方法。

试剂：HNO_3（70%），H_2SO_4（98%），HF（30%）

方法：

（1）将 0.5g 干燥样品转移到一个罐中，并小心加入 4mL HNO_3 和 9mL H_2SO_4 溶液，放置安全膜并将安全帽拧紧，将此罐放在微波腔内转盘上，加上排气管。

（2）运转微波系统时，最大排气。

（3）仪器程序：①混合样品加热 20min，功率 20%，

②让样品溶解，冷却至室温，加 5mL HNO_3

③混合样品加热 45min，功率 30%，

④让样品溶解，保持 5 min，

⑤让样品溶解，冷却至室温，每个罐放气，并稀释适至当的浓度。

注：可以根据样品结果的要求，参考微波消解样品程序，来制定消解程序。

防污漆

试剂：HNO_3（70%），HCl（37%）

方法：

（1）称取 0.1g 漆样品置入 PFA 内罐中，样品尽量放入罐底中心部位，加 7mL　HNO_3，淹没样品，不要将漆样品沾到壁上，

（2）将内罐放入外罐中，盖上内罐盖，放入一片防爆膜，盖上外罐盖，拧紧 ，使其密封，

（3）一个控制罐，不放防爆膜，用于安放测压嘴（接头）并连好压力控制线，用于监控压力状况。

（4）一个为空白罐，试剂量应与样品罐相同。

（5）打开风扇。如样品量多，需微波能高时可不开风扇，有泄露时再开）

（6）将控制开关，打到程控档。

（7）WR 系列设定程序列表如下：

步骤	设定功率（%）（占空比）	运行时间（s）	设定压力（KPa）	保持时间（s）
1	75/600 瓦	1100	900	300
2	65/500 瓦	400	200	300

注：WR－E/C 及 win95/98 版本的 A 型不设运行时间。

（8）冷却后开罐，再加入硝酸和盐酸各 1mL 用上述程序再运行一遍，

注：实验结果表明，此种消解条件最佳 .

注意：

①本程序是提供应用 WR 系列微波样品处理系统消解样品时的参考。可以根据实际需要修改或为在您的样品中得到要求的结果重编写消解程序。

②压力控制罐必须含有样品！选用样品量最大和反应最激烈的样品。

③空白罐不放样品，酸的量和酸的成分必须与待消解的样品中相同空白罐用同样的罐盖，安全膜，和压堵拧紧，密封。

警告：

消解完毕后，将罐冷却至室温，在通风厨中开罐，采取防护措施以手，眼的伤害。

10.5.10 化妆品

化妆品粉类

主要成分如下表：

主要成分（90～95%）	次要成分（5～10%）
滑石粉（65～95%）	香水
氧化锌（16～19%）	聚乙烯吡咯烷酮
碳酸镁（5～7%）	羧基转酶－Na
硬脂酸锌（2～4%）	甲基纤维素
二氧化钛（1～4%）	阿拉伯胶（质）
三氧化二铁	蛋白藻蛋白酸钠
媒色颜料（有机着色粉）	无色蜡油
	十六烷乙醇
	硬脂酸
	表面活性剂
	乙三醇胺
	丙三醇

本方法为光谱分析或湿法化学法分析提供了用密闭的 Tefion PFA 罐微波加热酸消解化妆品粉类的方法。

试剂：HNO_3（70%），H_2SO_4（98%），HF（30%）

方法：

（1）将 0.5g 样品转移到一个罐中，并小心加入 5mL HNO_3 和 5mL H_2SO_4 溶液，放置安全膜并将安全帽拧紧，将此罐放在微波腔内转盘上，加上排气管。

（3）运转微波系统时，最大排气。

（4）仪器程序：①混合样品加热 15min，功率 35%，

②让样品溶解，保持 5 min，

③混合样品加热 5min，功率 0%，

④让样品溶解，保持 5 min，

⑤让样品溶解，冷却至室温，加 7mL HF

⑥混合样品加热 3min，功率 75%，

⑦让样品溶解，保持 5 min，

⑧混合样品加热 15min，功率 35%，

⑨让样品溶解，保持 5 min，

⑩让样品溶解，冷却至室温，每个罐放气，并稀释适当的浓度。

注：可以根据样品结果的要求，参考微波消解样品程序，来制定消解程序。

香波

试剂：H_2SO_4　4.0 mol/L

方法：

（1）称取 1.000g 干燥样品置入 PFA 内罐中，样品尽量放入罐底中心部位，加 10.0mL 4.0mol/L H_2SO_4，淹没样品，不要将样品沾到壁上。

（2）将内罐放入外罐中，盖上内罐盖，放入一片防爆膜，盖上外罐盖，拧紧 ，使其密封。

（3）一个控制罐，不放防爆膜，用于安放测压嘴（接头）并连好压力控制线，用于监控压力状况。

（4）一个为空白罐，试剂量应与样品罐相同 .

（5）打开风扇 .（如样品量多，需微波能高时可不开风扇，有泄露时再开）

（6）将控制开关，打到程控档。

（7）WR 系列设定程序列表如下：

步骤	设定功率（%）（占空比）	运行时间（s）	设定压力（KPa）	保持时间（s）
1	60	180	400	60
2	100	480	600	60

注：WR－E/C 及 win95/98 版本的 A 型不设运行时间

注意：

①本程序是提供应用 WR 系列微波样品处理系统消解样品时的参考。可以根据实际需要修改或为在您的样品中得到要求的结果重编写消解程序。

②压力控制罐必须含有样品！选用样品量最大和反应最激烈的样品。

③空白罐不放样品，酸的量和酸的成分必须与待消解的样品中相同空白罐用同样的罐盖，安全膜，和压堵拧紧，密封。

警告：

消解完毕后，将罐冷却至室温，在通风厨中开罐，采取防护措施以手，眼的伤害。

洗面奶

试剂：HNO_3（70% 高纯 BV－I 级），H_2O_2（30%）

方法

（1）称取 0.2 g 样品入 PFA 内罐中，每种样品放入一个罐。样品尽量放入罐底中心部位，加 5mL HNO_3，和 及 2mL　H_2O_2入该罐内，淹没样品，不要将干样品挂到壁上。

（2）将内罐放入外罐中，盖上内罐盖，放入一片防爆膜，盖上外罐盖，拧紧 ，使其密封。

（3）一个控制罐，不放防爆膜，用于安放测压嘴（接头）并连好压力控制线，用于监控压力状况。

（4）一个为空白罐，试剂量应与样品罐相同。

（5）打开风扇。（如样品量多，需微波能高时可不开风扇，有泄露时再开）

（6）将控制开关，打到程控档。

（7）WR 系列设定程序列表如下：

步骤	设定功率 (%)	设定压力 (KPa)	保持时间 min
1	45	350	4
2	70	600	4
3	85	900	4
4	90	1200	6
4	5	200	10

注意：

①本程序是提供应用 WR 系列微波样品处理系统消解样品时的参考。可以根据实际需要修改或为在您的样品中得到要求的结果重编写消解程序。

②压力控制罐必须含有样品！选用样品量最大和反应最激烈的样品。

③空白罐不放样品，酸的量和酸的成分必须与待消解的样品中相同空白罐用同样的罐盖，安全膜，和压堵拧紧，密封。

警告：

消解完毕后，将罐冷却至室温，在通风厨中开罐，采取防护措施以手，眼的伤害。

雪宝，养颜宝典

试剂：HNO_3（70%高纯 BV－I 级），HF（49%），H_2O_2（30%）

方法：

（1）称取 0.4g 样品入 PFA 内罐中，样品尽量放入罐底中心部位，加 5mL HNO_3，0.5mL HF 及 1mL H_2O_2入该罐内，淹没样品，不要将干样品挂到壁上，将内罐放入外罐中，盖上内罐盖，放入一片防爆膜，盖上外罐盖，拧紧，使其密封。

（2）一个控制罐，不放防爆膜，用于安放测压嘴（接头）并连好压力控制线，用于监控压力状况。

（3）一个为空白罐，试剂量应与样品罐相同．

（4）打开风扇．（如样品量多，需微波能高时可不开风扇，有泄露时再开）

（5）将控制开关，打到程控档．

（6）WR 系列设定程序列表如下：

步骤	设定功率 (%)	设定压力 (KPa)	保持时间 min
1	55	350	5
2	65	650	5
3	75	850	5
490	1200	5	
5	5	200	10

注意：

①本程序是提供应用 WR 系列微波样品处理系统消解样品时的参考。可以根据实际需要修改或为在您的样品中得到要求的结果重编写消解程序。

②压力控制罐必须含有样品！选用样品量最大和反应最激烈的样品。

③空白罐不放样品，酸的量和酸的成分必须与待消解的样品中相同空白罐用同样的罐盖，安全膜，和压堵拧紧，密封。

警告：

消解完毕后，将罐冷却至室温，在通风厨中开罐，采取防护措施以免对手和眼造成伤害。

10.6　样品分解时间与试剂容积

消解用低压罐 240psi 条件下完成。在使用中压或高压罐 500/1500psi 条件下，可以此为基准适度的增加样品量和缩短操作时间。

表 10－8　样品分解时间与试剂容积

农业样品

试 样	样品量（g）	酸/容积	时间（min）
苜蓿	0.5	10 mL HNO_3	5
香蕉叶	0.5	10 mL HNO_3，2 mL HF	15
柑桔叶	0.5	2 mL DI H_2O*，5 mL HNO_3，1 mL HF	5
玉米面	0.5	10 mL HNO_3	5
饲料	0.5	10 mL HNO_3，2 mL HCL	15
天竺葵	0.4	5 mL HNO_3	8
凤仙花	0.4	5 mL HNO_3	5
棕榈叶	0.5	10 mL HNO_3，3 mL HF	15
松针	0.5	15 mL HNO_3	15
大豆	0.5	15 mL HNO_3	10
稻草	0.5	10 mL HNO_3，5 mL HF	10
西红柿叶	0.5	2 mL DI H_2O，5 mL HNO_3，1 mL HF	5
木浆	0.5	10 mL HNO_3	10

* DI　H_2O 为去离子水，以下各相同

生物样品

试 样	样品量（g）	酸/容积	时间（min）
血	1.0	5 mL HNO_3	15
骨	1.0	20 mL HNO_3	15
牛肝	0.5	2 mL DI H_2O，5 mL HNO_3	10
脑组织	0.5	2 mL DI H_2O，5 mL HNO_3	10
蛤酱	1.0	2 mL DI H_2O，5 mL HNO_3	10
鱼组织	0.5	10 mL HNO_3	15
头发	0.5	5 mL HNO_3	15
牡蛎酱	1.0	2 mL DI H_2O，5 mL HNO_3	10
鼠肾	1.0	10 mL HNO_3	10

环境

试 样	样品量（g）	酸/容积	时间（min）
窑灰	0.5	10 mL HNO_3	5
油漆碎片	0.5	10 mL HNO_3	10
污泥	0.5	5 mL DI H_2O，5 mL HNO_3	15
SW 846－3015	45 mL	5 mL HNO_3	5
SW 846－3051	0.5	10 mL HNO_3	5
TCLP 萃取	25 mL	5 mL HNO_3	15
废水 － NPDES	50 mL	3 mL HNO_3，2 mL HCl	15
废水 － 磷酸盐	50 mL	0.5 g $K_2S_2O_8$，1 mL H_2SO_4	3
浓缩水	95 mL	3 mL HNO_3，2 mL HCl	25 hr

食品

试 样	样品量（g）	酸/容积	时间（min）
咖啡豆	0.5	10 mL HNO_3	10
比目鱼	2.0	15 mL HNO_3	15
牛肉	0.5	5 mL HNO_3	10
乳酪粉	0.5	5 mL HNO_3，2 mL H_2O_2	10
可可粉	0.5	10 mL HNO_3	15
椰子	0.5	5 mL HNO_3，2 mL H_2O_2	15
面粉	0.5	10 mL HNO_3	10
生熏肠	1.0	15 mL HNO_3	15
澳州坚果	0.5	10 mL HNO_3，2 mL H_2O_2	15
蛋黄酱	0.5	10 mL HNO_3，2 mL H_2O_2	15
肉（水解）	4.0	30 mL 6mol/L HCl	10
奶粉	0.5	10 mL HNO_3	10
花生酱	0.5	10 mL HNO_3，2 mL H_2O_2	15
阿月浑子果	0.5	10 mL HNO_3	10
土豆片	0.5	10 mL HNO_3，2 mL H_2O_2	10
椒盐卷饼	0.5	10 mL HNO_3	8
色拉调料（干）	0.5	10 mL HNO_3	25
细的快食巧克力	0.5	10 mL HNO_3	10
无盐佐料	0.5	10 mL HNO_3	10
菠菜酱	0.5	5 mL HNO_3	10
西红柿酱	2.5	5 mL HNO_3	15
小麦薄脆饼	0.5	10 mL HNO_3	15
酒	0.5	5 mL HNO_3	10
酵母	0.5	10 mL HNO_3，4 mL HCl	10

冶金

试 样	样品量（g）	酸/容积	时间（min）
铝合金	0.2	10 mL HNO_3，10 mL HF	5
碳化铬	0.5	10 mL HNO_3，10 mL HF	5
铬金属	0.25	10 mL HF，10 mL DI H_2O	15
钴－铬合金	0.5	5 mL HNO_3，10 mL HF，5 mL DI H_2O，4 mL H_2O_2	20
铁－铬合金	0.1	5 mL DI H_2O，5 mL HF，5 mL HCl，4 mL HNO_3	15
铁－锰合金	0.5	10 mL HNO_3，2 mL HF	10
铁－硅合金	0.5	10 mL HF，5 mL HCl，3 mL HNO_3	5
铌/钛金属	0.2	1 mL HF，5mL HNO_3，5 mL DI H_2O	5
镍合金	0.5	5 mL DI H_2O，5 mL HF，5 mL HNO_3	5
镍－铬合金	0.5	5 mL DI H_2O，5 mL HF，5 mL HNO_3	5
镍－铬合金	0.2	15 mL 1＋1＋1 HNO_3＋HF＋DI H_2O	5
铂	1.0	25 mL 王水（3＋1 /HCl＋HNO_3）	15
硒合金	3.0	10 mL HNO_3	5
硅金属	0.1	5 mL DI H_2O，8 mL HF，3 mL HNO_3	10
焊锡	0.5	15 mL HCl，20 mL DI H_2O	5
钢（JSS－501－4）	0.5	9 mL HCl，3 mL HNO_3，5 mL HF	25

其它

试 样	样品量（g）	酸/容积	时间（min）
明矾	0.1	3 mL HCl，3 mL HNO_3，5 mL HF	5
硝酸铝	0.2	10 mL HCl，5 mL H_3PO_4	5
阴离子树脂	0.5	15 mL HNO_3	5
婴儿用品	1 ea	30 mL 1 + 1 HNO_3	30
硼	0.25	5 mL HNO_3，5 mL HF	15
碳	0.1	10 mL HNO_3，5 mL H_2O_2，0.5 mL HF	25
炭黑	0.1	10 mL HNO_3	35
活性碳	5.0	10 mL HCl，50 mL DI H_2O	20
水泥	0.3	3 mL HF，6 mL HCl，3 mL HNO_3，30 mL H_3BO_3	15
煤	0.1	10 mL HNO_3，5 mL HF，30 mL H_3BO_3	30
煤（高压）	0.5	15 mL HNO_3，3 mL HF，3 mL HCl，30 mL H_3BO_3	35
焦炭（高压）	0.25	10 mL HNO_3，5 mL H_2SO_4，2 mL HCl，1 mL HF	35
滤纸（Whatman）	1x90mm	5 mL DI H_20，5 mL HNO_3	15
无机颜料（高压）	0.25	10 mL HNO_3，10 mL HCl，10 mL H_20，2 mL HF	10
木质磺酸铁	0.5	5 mL HNO_3	10
皮革	0.5	10 mL HNO_3	10
油漆	2.5	10 mL HNO_3，2 mL HF	15
树脂滤纸（Gelman）	1 ea	3 mL H_2SO_4，10 mL HNO_3	10
树脂滤纸（高压）	1 ea	12 mL HCl，2 mL HNO_3	10
树脂滤纸（Toray）	1 ea	10 mL HNO_3	8
硝酸硅	0.1	10 mL HF，1 mL HNO_3	30 hr
卤化银	0.1	20 mL NH_4OH，10 mL H_2O	10
维生素	0.6	10 mL HNO_3，2 mL HF，2 mL HCl，30 mL H_3BO_3	15

石油塑料

试 样	样品量（g）	酸/容积	时间（min）
沥青	0.3	15 mL HNO_3	35 hr
柴油	0.5	10 mL HNO_3	25
聚合物	0.5	3 mL H_2SO_4，8 mL HNO_3，2 mL H_2O_2	35
EPR.	2.5	10 mL HNO_3，5 mL HF，30 mL H_3BO_3	20
汽油	0.1	5 mL HNO_3	25
混合油	0.5	3 mL H_2SO_4，10 mL HNO_3，2 mL H_2O_2	35
煤油	0.5	10 mL HNO_3	30
纤维	0.5	10 mL HNO_3	5
尼龙 66	0.5	10 mL HNO_3	6
石油	0.5	10 mL HNO_3	20
石油（高压）	0.5	10 mL HNO_3	20
PET	0.5	3 mL H_2SO_4，10 mL HNO_3	25
凡士林	0.5	15 mL HNO_3	20
聚磺酸乙醚	0.5	5 mL H_2SO_4，10 mL HNO_3，2 mL H_2O_2	35
聚苯撑硫	0.5	5 mL H_2SO_4，10 mL HNO_3，2 mL H_2O_2	30
聚丙烯	0.5	3 mL H_2SO_4，10 mL HNO_3	25
聚丙烯（高压）	0.25	10 mL HNO_3	30
聚氨酯	0.5	5 mL H_2SO_4，10 mL HNO_3，2 mL H_2O_2	30

试 样	样品量（g）	酸/容积	时间（min）
PVC	0.5	5 mL H_2SO_4，10 mL HNO_3，2 mL H_2O_2	40
丁苯橡胶	1.5	50 mL 7 + 3 乙醇/甲苯	8
丙烯酸苯乙烯酯	0.2	5 mL HNO_3，1 mL HF	15
油中耐磨金属	0.5	10 mL HNO_3	30

有机化学

试 样	样品量（g）	酸/容积	时间（min）
双马来亚胺	1.0	30 mL HNO_3	30
重氮氯磺酸	0.5	3 mL H_2SO_4，10 mL HNO_3	20
环氧树脂	1.0	30 mL HNO_3	10
红霉素	0.5	1 mL H_2SO_4，10 mL HNO_3	20
食物色素	0.5	3 mL H_2SO_4，10 mL HNO_3，2 mL H_2O_2	20
甲基孕缩酮	0.3	5 mL HNO_3	15
甲基纤维素	0.3	5 mL HNO_3	15
乙醇胺	0.5	5 mL HNO_3	10
PEEK	1.0	30 mL HNO_3	15
聚二甲基硅氧烷	0.5	10 mL HF	20
聚戊二酸酰胺	0.5	5 mL H_2SO_4，12 mL HNO_3	25
铑 - 三苯基磷	1.0	4 mL H_2SO_4，10 mL HNO_3，2 mL H_2O_2	35

氧化物/硫化物

试 样	样品量（g）	酸/容积	时间（min）
氧化铝（高压）	0.5	6.5 mL H_3PO_4 mL，3.5 H_2SO_4	35
锑矿	0.1	4 mL HF，2 mL HNO_3，4 mL HCl，20 mL H_3BO_3	20
石棉	0.3	3 mL HF，3 mL HNO_3，6 mL HCl，30 mL H_3BO_3	25
锅炉水垢	0.1	5 mL HNO_3，5 mL HCl	15
陶瓷	0.2	5 mL HF，5 mL HNO_3	15
粘土	0.2	7 mL HF，3 mL HNO_3，1 mL HCl，50 mL H_3BO_3	10
粘土滤液	1.0	15 mL 1 + 1 HCl + H_2O（DI）	8
煤灰	0.3	3 mL HNO_3，3 mL HCl，3 mL HF	10
催化剂	0.5	7 mL HF，5 mL HNO_3，3 mL HCl，5 mL H_3BO_3	15
铜矿石	0.5	10 mL 反王水 3 + 1 HNO_3 + HCl	10
硫化铜	0.5	10 mL HNO_3	8
刚玉	0.1	4 mL HF，3 mL HNO_3，3 mL HCl，30 mL H_3BO_3	15
钛铁矿	0.1	5 mL HNO_3，1 mL HCl，10 mL HF，30 mL H_3BO_3	25
铁矿石	1.0	8 mL HCl，4 mL HF，4 mL HNO_3，4 mL DI H_2O	8
氧化铁	0.5	10 mL HCl，0.5 mL HF	5
高岭土	0.5	7 mL HF，1 mL HNO_3，3 mL HCl，50 mL H_3BO_3	10
硫化铅	0.1	15 mL HNO_3，1 mL HF，50 mL H_3BO_3，3 mL CH_3COOH	15
石灰石	0.5	2.5 mL HNO_3，2.5 mL HF，30 mL H_3BO_3	15
氧化锰	0.2	3 mL HF，10 mL HNO_3，5 mL HCl，10 mL H_3BO_3	40
MoS_2	0.5	10 mL HNO_3，10 mL HCl	8
Nb_2O_5	1.0	1 mL HNO_3，5 mL HF	5
磷酸盐岩石	0.2	2.5 mL HNO_3，2.5 mL HBF_4	4
贵金属矿	0.1	10 mL HNO_3，0.5 mL HF，5 mL HCl	30

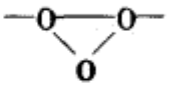
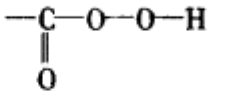
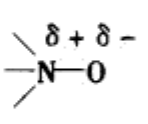
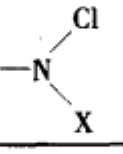
试 样	样品量（g）	酸/容积	时间（min）
叶蜡石	0.2	7 mL HF，3 mL HNO_3，1 mL HCl，50 mL H_3BO_3	10
沉积物	0.5	10 mL H_2O，5 mL HNO_3，4 mL HF，1 mL HCl，2 g H_3BO_3	15
页岩	0.2	7 mL HF，3 mL HNO_3，1 mL HCl，50 mL H_3BO_3	10
二氧化硅	2.5	15 mL HF，3 mL HNO_3	25
硅橡胶	0.2	5 mL HF	8
矿渣	0.5	5 mL HF，3 mL HNO_3，2 mL HCl，30 mL H_3BO_3	15
锑酸钠	0.5	15 mL HCl，5 mL HNO_3，2 mL HF	35
土壤	0.5	10 mL H_2O，5 mL HNO_3，4 mL HF，1 mL HCl，2 g H_3BO_3	15
正铁酸锶	0.5	10 mL HCl，0.5 mL HF	8
二氧化钛矿渣	0.3	10 mL HF，2 mL HNO_3	15
蛭石	0.2	10 mL HF，4 mL HCl，1 mL HNO_3，30 mL H_3BO_3	15
沸石	0.5	6 mL HNO_3，3 mL HCl，2 mL HF，50 mL HBO_3	15
沸石（高压）	0.5	3.5mL H_2SO_4，6.5 mL H_3PO_4	40

10.7　微波消解的安全[2]

禁止随意在密闭系统中操作的物质：

名　　称	例　　子
·炸药（TNT，硝化纤维等）	·推进剂（肼，高氯酸胺等）
. 引火化学品	·二元醇（乙二醇，丙二醇等）
·航空燃料（JP－1 等）	·高氯酸盐（高氯酸铵，高氯酸钾等）
·乙炔化合物	·醚（熔纤剂－乙二醇苯基醚等）
·丙烯醛	·酮（丙酮，甲基乙基酮等）
·漆	·烷烃（丁烷，己烷等）
·双组分混合物（硝酸和苯酚，硝酸三乙胺，硝酸和丙酮等）	·动物脂肪（硝酸甘油酯，和 硝化甘油或其它有机硝化物）

请实验者关注特性样品与试剂在反应过程中可能出现的产物，爆炸物的特征原子集团附件如下：

名称	结构	名称	结构
乙炔化合物	—C≡C—金属	氯酸盐	—ClO_2
过氧化氢化合物	—O—O—H	次石盐	—O—X
硝酸盐	—O—NO_2	亚硝酸盐	—O—NO
硝基	—NO_2	亚硝基	—NO
重氮基	—N＝N—	雷酸盐	—O＝N＝
高氯酸盐	—ClO_4	过氧化物	—O—O—
迭氮化合物	δ＋δ－ —N＝N＝N	重氮化合物	δ＋δ－ (—N≡N) X
臭氧化合物		过氧酸	
氮氧化合物		N－卤胺	

10.8 密闭容器中湿消化的安全方面

第一代微波消解设备提供安全预防措施很少，现代设备为了防止消解过程中的爆炸，提供了充分的安全措施。以下将阐述影响消解安全的主要因素：

1）影响反应速率的参数

影响反应速率的参数很多，其主要因素为：（1）样品重量；（2）容器的体积；（3）反应混合液的温度；（4）容器的冷却强度；（5）加热速率；（6）分解试剂的种类和体积；（7）样品材料的表面。

2）样品量的影响

我们以润滑油为例来说明样品量的影响。当 100mg 和 150mg 润滑油在 35mL 的石英容器中，压力为 80 巴时，用 2mL HNO_3 做分解——压力曲线。我们所看到压力由于压力控制器显示为 80 巴。使 0.1g 样品在该系统中的压力升到 80 巴时是均匀的，控制器开始作用。而 0.15g 样品的则是剧烈放热的反应，压力远超过了 80 巴。这证明了样品量在分解时是会是压力发生变化的。

3）容器的容量

容器的体积与样品量比例越大，压力峰越小，并伴随着剧烈的放热反应。

4）温度的影响

当用微波炉加热一个 35mL 的石英容器，其中含有 0.2g 磨得很细的碳和 2mL HNO_3 混合时，在容器温度升至 180℃时，样品实际上不会被破坏。但如果同样的混合物迅速加热到大约 300℃时，样品则剧烈反应。

5）冷却强度的影响

如果将 1.5g 麦粉放在配有缓慢的容器冷却装置的 80mL 石英容器中，用 12mL HNO_3（65%）分解，在关闭微波后，而剧烈的放热反应将使继续进行反应，这将有可能导致安全隔膜的破坏。然而，有快速容器冷却装置的反应，在关闭微波后，剧烈的放热反应将立即被停止。“超级－消化”，分解容器在微波功率下能够被快速冷却。

6）放热速率的影响

当芳香族化合物用 HNO_3 分解时，所产生的硝基芳香化合物，将作为爆炸反应的中间产物，而它们也进一步被分解。如果快速加热混合液，硝基芳香化合物产生将比它们的分解的速率快，也将导致危险的爆炸性物质的积累。

7）分解剂的种类和体积

氧化剂的种类明显对反应速率有很大的影响。分解剂的数量影响着反应速率，因为样品和试剂的化学计量比通常提供了最高的压力峰。如果加入更多的氧化剂，压力峰又将下降。

8）样品材料的表面

磨得很细的样品反应非常的快，产生比粗糙的样品更高的峰。

密闭消解样品量限制：在密闭容器中进行的高温高压反应，可能有潜在的危险，因此在实验初期应严格控制样品量。按如下准则：

①有机样品 － 应限制到≤0.5 克物质/容器。这将阻止样品消解过程中过量气体副产物的积累。

②无机样品 － 应限制到≤10 克物质/容器。

典型的限制因素是消解/萃取样品所需酸的量。碳酸盐和硫化物常形成气态产物，因此在样品容器密封以前直到反应沉淀池中起泡，应被允许存在。

称样注意事项：① 不熟悉的样品称样量应严格的限制在 0.5g 以内。

② 加样时不要使样品沾在容器壁上，如有沾附请用酸或去离子水洗入溶液内。

10.9　密闭容器基本操作常识

10.9.1　容器安装步骤

① 保证每个内衬罐都已安装好外层压力套。同时保证压力套为干燥状态。

② 检查防爆膜并保证每个泻压孔内只装有一片与压力罐相符的防爆膜。

③ 严格确认压力弹片安装正确（凹槽向上）后，使用辅助工具锁紧容器，已防泄露。安装不正确可能会产生严重后果。

④ 保证在同一批反应中，未同时混用中压 - 高压反应罐。

⑤ 安装温度传感器确保温度探头全部插入容器。安装不正确可能会产生严重后果

⑥ 为了规范仪器的操作，转盘上的压力罐应尽量保证均匀对称。

⑦ 压力传感线路应安置于顶板的挂钩上，并进行试转动转盘保证温压传感线路不缠绕。安装不正确可能会损害转盘马达。

10.9.2　容器安全排气步骤

反应结束后自然或放入冷水池冷却。安全的机器设计应该具备操作安全警告保护：①在样品处理过程中，实时显示温压变化状态和危险警告。②在冷却，拆装压力容器时，指示和警告操作人员容器内温压安全状态数值。防止意外操作。容器内指示的压力 < 50psi 后，方可移动压力罐和泄压：

注意：放气之前，一定要戴上手套，穿上实验服，戴上护目镜。取出主控罐温度探头，然后在通风柜内缓慢打开泻压旋扭释放压力，而且容器在室温时才能排气。

10.9.3　容器清洗步骤

（1）容器盖、内衬罐、接头和螺帽（由特氟隆 PFA，TFM 制成）的清洗步骤如下：

①用热水彻底冲洗所有表面。②使用前干燥所有表面。③重复步骤①，再用丙酮冲洗，④然后吹干或用不含棉绒的毛巾擦干表面的所有污垢。

（2）罐套筒的清洗：

套筒内高级复合材料制成，不能接触样品和试剂。清洗步骤如下：

①用热水简单地冲洗。②吹干或用不含棉绒的毛巾擦干。③套筒在水或去污剂中的浸泡时间不能过长。④在以上手工清洗不能完成时，请根据机器程序加酸进行微波清洗。

10.9.4　最新硬件全面安全的可靠性探讨

鉴于化学反应危险性给实验人员带来的潜在威胁，微波样品前处理硬件有一些基本要求如：多层安全可视窗观察容器状况，大通风量和排酸和冷却系统，防爆门安全，多镀层特氟隆抗试剂腐蚀。除此之外新设计还提出了全面安全概念，包括主动安全、被动安全和人身安全三个方面。基本设计思想是建立在假设基础上，即假设控制装置失效，其主/被动安全保障措施能依次发挥作用，保证系统可靠性，降低意外出现的概率。大致如下：

主动安全措施：主动安全措施即通过以下控制手段主动干预异常情况

（1）**压力和温度控制** 与过去产品的重要技术区别在于，最新的产品必须是机器自动控制温度/压力的行程规律。例如：CEM 推出的 MARS 5 控制闭环的响应频率 200 次/s，控制温度高达 0 ~ 360℃、控制压力高达 1500psi，系统根据监视反应罐内的温/压反馈信号而控制磁控管的功率输出。在斜率失控时可主动停机避免出现连锁反应，降低爆破概率的可能性。

（2）IR **全罐监控与安全** 最新的方案是用红外监控全罐运行。其 IR 传感器通过高折射聚光镜片安置在腔底，扫描和监测上方经过的每罐的即时温度红外辐射数据，通过温/ 压转换模块传给 CPU 进行比较和处理，以确认与主控罐的当时温差和压差，主动提示和停机以防意外。

（3）**内腔震动监测系统** 即使以上措施皆失效，当罐内意外超压逼近临界时通常会产生异常物理震动，

置于转盘下部的另一防线震动监测系统，会测试并停止操作，防止事态进一步恶化。

被动安全措施 建立于控制失效的假设，在出现失控的高压或爆炸时所采取的保护措施

(1) 压力罐双重安全泄压保障 假设控制失效，当压力接近于设计压力限时，必须能够释放超压，最新的设计同时具备两种机制：1）安全膜方法 < 1500psi 释压，2）盖帽泄压方法 > 1500psi。这样双重保护提高了可靠性，增加了释压速度。

(2) 自动试剂和酸雾感应系统 当安全膜爆破后，通过测试泄漏与内置超强排酸系统一起工作，主动关闭微波发射打开排气系统自动清除腐蚀性酸雾，以免发生危险。

(3) 垂直定向防爆最新高压罐设计是基于三维定向防爆理论，经过大量模拟实验考验，即使两种释压方法失效万一爆炸时，通过外壳材料，限制冲击波垂直释放，绝对保证横向人员的安全。但是 Ultem 材料需强但高压下易碎，只能选用超强复合纤维编织的宇航材料。

(4) 防爆门系统三维定向防爆机制的最后一道被动安全防护手段，炉门除了具备三重独立连锁热电偶微波传感装备严防微波泄漏以外，其超感应冲击波自动防爆门在危险出现时能自动平行弹出提前释放横向冲击压力，多层硬钢门结构提供足够的强度保证横向人身安全。

10.10 结语

新一代的微波反应系统比上一代微波产品有了质的技术飞跃。新产品已成了高科技和复合材料的综合产物。总之，技术先进的仪器必须能进行精确过程控制、多功能智能专家应用系统辅助、具备极高的安全性。真正实现微波化学的三原则，更高效、更精确、更安全。微波仪器已成为化学动力学、反应机理研究的重要新兴科研手段。微波技术已经广泛应用，诸如在催化合成与分解反应及制造新材料等方面，前景广阔[3]。

参考文献

[1] 金钦汉，戴树珊，黄卡玛等．微波化学，科学出版社，1999

[2] 胡文祥等．微波卫生防护概论。解放军出版社，2002

[3] 胡文祥，王建营．协同组合化学．北京：科学出版社，2003

第 11 章　实验安全与防护[1][2]

一个合格的实验室必须有一套科学的、完善的管理制度，如果管理紊乱，将严重的影响分析数据的质量。实验室的管理制度包括从采样到报告结果的全过程，如果疏忽了某一方面均可能导致错误。

实验室的清洁是应当优先注意的问题，无论气体与灰尘，还是不洁的水，都会沾污仪器与用具，影响试剂，甚至污染样品。实验室所用的试剂，不是长期稳定不变的，一些试剂还应在临用前配制，如果忽略了试剂的稳定性，有些错误是不易在分析过程中被发现的。仪器、量具在使用前因经过校准，应当正确地选用分析方法等有效措施。

分析人员应重视人体健康与国家财产的安全，因此在使用电器设备、高压气、有危险的化学药品、放射性物质、致癌物质等，若不按制度操作，则可能发生事故。所以，分析人员必须了解各种设备及化学品的性质，制定完善的管理制度与发生意外事故时的处理措施。

实验室应有防护设备，如防护手套、防毒口罩、面罩、防护镜与急救药品等。实验室还应配备有效的防火设备。

1）防止中毒

实验室使用的试剂，除少数如乙醇、碳酸氢钠外，多属有毒有害物质，一些还是剧毒物质，如氰化钾、氰化钠等。所谓中毒，主要是经呼吸道吸入或皮肤吸收引起的，从口摄入而引起中毒是较容易避免的。从事有毒化学药品实验时，需有通风设备，手边应有防毒面具备用，对所知甚少之物质需特别小心。实验时需戴防护眼罩、手套，实验完毕应彻底将工作区清理干净。

防止从口吸入，如氰化物及其它剧毒药物必须专门制定保管、领用制度；与其它一般试剂分开保管；用的时候才领；用多少，领多少使用有毒药品应有专门记录；如有少许剩余则交回保管室或经无害化处理后弃去。严禁用口吸取有毒有害的试剂，严禁在实验室喝水、进食，以避免因饮食意外沾污了有毒物质而引起中毒。

防止由呼吸道吸入，苯系物、氯代烃等有机溶剂的毒性较大，使用时应在通风橱内操作。汞既可被吸附，又可不断挥发出来造成中毒，应细心收回，或以稀碘溶液、高锰酸钾的稀硫酸溶液处理，也可用石灰－硫磺处理使之变为惰性。

石棉长期吸入易致肺癌，实验时及高温隔热应避免使用石棉，若发现石棉散落地面应立即清除。

防止由皮肤吸收，若在皮肤上的化学品应立即洗去。通过伤口比经皮肤接触更易吸收，所以即使有轻微擦伤之处也应加以保护。

酸、碱的安全操作：酸、碱能严重烧伤皮肤、眼睛和呼吸道。戴厚橡胶手套、面护罩，以防浓酸（碱）的烧伤。应使用有效的排气装置或防毒面具，以保护呼吸道免受碱尘或碱蒸汽的伤害。

有机溶剂的安全操作：（1）易燃的溶剂，不能使工作场合的蒸汽浓度达到可燃的水平，因为企图消除产生静电火花的全部可能性，几乎是不可能的。当有易燃的有机溶剂蒸汽释入时，必须使用有效的排风装置排除。（2）毒性溶剂，从某些挥发性有机溶剂产生的蒸汽具有强毒性。其中几种溶剂蒸汽易通过皮肤吸收，因此一旦有这些蒸汽放出时，要用有效的排烟装置排除。

特殊化学危险物的安全操作：许多农药化学品都是极有毒的，可通过各种途径中毒特别是浓缩的剂型。这些化学品包括有机氯、有机磷、氨基甲酸酯和有机碱杀虫剂，含汞化合物、含砷化合物、烟碱和其它化学品。

实验室废弃物、高浓度废液及使用过之药品应依规定申报，不得任意倒入水槽或弃置。

2）防火、防爆

易燃有机溶剂如乙醚等挥发出来的蒸汽，遇火源能引起燃烧或爆炸。许多易挥发的药品应放在通风良

好、温度较低的贮藏室内。能互相起剧烈作用的药品应分开存放，易燃品如乙醚等应存放于防爆冰箱内。金属钠、钾与黄磷要采取特殊的保存方法，如黄磷保存在水中，金属钠、钾保存在煤油或石油醚中。煤油、石油醚易挥发，应经常检查、补充。

金属的氢化物及一些有机金属化合物与水或空气作用慢慢放出氢和其它物质也可产生氢，这些氢聚集到一定浓度即可引起燃烧。

3）电器设备

所有电路需确实绝缘，插头及开关应保持干燥并远离水源，配线距离亦应尽量缩短，以减少漏电危险。电器修理应由合格电工进行。电器设备需以适当方法接地。不得超荷使用或擅自改装电源插头或开关。电器设备应合理和安全地接地，使用前检验是否漏电，使用各项试验仪器时，应先研读仪器使用手册，熟悉正确操作程序后，方可操作仪器进行实验，如有疑问应请教管理人员，以免人员及试验仪器受到伤害。认清并牢记最近之灭火器、急救箱及冲水器之存放位置并熟知使用法。仪器与实验桌面应经常保持清洁，尽量避免物品洒溅实验桌面，若不慎洒出，应即擦拭干净。

（1）电冰箱，用冰箱存放乙醚和其它高度挥发的易燃液体时应当有防爆的或抗爆的性能。普通冰箱可拆除照明灯开关、插座和相连的导线，并将温度调节控制移至冰箱的外部改装成防爆。（2）玻璃，破裂或打碎的玻璃器皿要在专门容器中处理。（3）原子吸收分光光度计，按照制造厂商的说明书进行安装、操作、安全使用和维护。用有效的排气装置排走燃烧器产生的废气。若仪器有排水井，在燃烧器点火之前确保有水。乙炔供给线路修整后，用肥皂水或易燃气检查装置对所有的连接处检查是否漏气。（4）火焰光度计，用有效的排烟装置排除燃烧器产生的废气。（5）荧光光度计，由于石英灯紫外光的辐射，会产生可观数量的臭氧。即使在低浓度下臭氧也是有毒的。可在石英灯附近安装有效的排气装置，以排除臭氧。玻璃器皿使用时小心轻放，若有破损不可随意丢弃，应先做打包处理，以免后续处理人员受到伤害。（5）气相色谱，使用前用肥皂水检查仪器气路连接处是否漏气。

4）高压气体

盛压缩气的钢瓶在装气前应经过试压，注意试压的有效期为三年。各种气体必须按规定漆上标志色和标明气体名称。未装减压阀前不得打开钢瓶阀门，卸下减压阀时也应先关阀门，开气时阀门顶端不得正对着实验室人员。瓶中气体剩余 5－3kg/cm^2 时，必须重新充气。乙炔、氢、氧等为易燃气体，应注意防火。气体钢瓶不可横置，应以铁链或钢线固定，并避免因地震或碰撞倒下发生爆炸，伤及人员，使用时需注意压力之控制。

实验中若发生意外事故，如着火、灼伤、爆炸、割伤等，切勿惊慌，应镇定处理、迅速报告实验室负责人处理之。若引起火灾应立即以 119 电话通知消防队，伤害事故立刻赴医院就医。

5）安全操作

要遵守实验室安全操作守则。稀释硫酸时，千万不要将水倒入浓硫酸中，而应该用浓硫酸沿琉棒和烧杯壁缓慢地倒入已盛有一定量水的烧杯中，且不断搅拌。

汞一旦洒落在地，应立即洒上硫磺粉，以免汞蒸气扩散。

参考文献

[1] 吕春绪，诸松渊．化验室工作手册．江苏科学技术出版社，17 页。

[2] 王久安．公定分析方法．北京：科学技术出版社，1364 页。

第 12 章　附录

附录 1　无机试样制备方法汇总表

样品重量	待测元素	分解试剂
银（纯银）：1g	Ag	20mL HNO_3（d = 1.2）
银（粗银）：0.5g	Ag	7.5mL HNO_3（d = 1.2）
银合金（含银 10% - 90% 的银焊料）：1g	Ag	10mL HNO_3（1 + 1）
各种银合金：1g	Ag 及其他金属	10mL HNO_3（1 + 1）
$KAg(CN)_2$：1g	Ag	20mL H_2SO_4（浓），加热至冒烟
铝土矿：2g	Al、Ca、Cr、Fe、Mn、P、Si、Ti、V	7g　NaOH（细颗粒），约 700℃，镍坩埚
铝土矿：1g	Al、Fe、Si、Ti	30mL HNO_3/HCl（浓）（1 + 3）+ 15mL H_2SO_4（1 + 1）溶于 10mL 浓 HCl
铝土矿：1g	Al、Ca、Cr、Mn、Fe、Si、Ti、V	1g　Na_2CO_3，30min，1100℃；铂坩埚；AAS 测定
铝土矿：1g	Ca、Cr、Fe、Mn、Si、Ti、V、Zn	1.2g H_3BO_3 + 2.2g　Li_2CO_3，1100℃；铂坩埚；AAS 测定
铝土矿：2g	Ca	25mL HCl（浓），充分煮沸
高纯铝：3g	Be、Bi、Mn、Ti、V、Zn	50mL　HCl（1 + 1）+ 1mL $CuCl_2$（150mg/100mL）
高纯铝：3g	Be、Cd、Cu、Mg、Ni、Si	20mL　NaOH（20%），聚四氟乙烯烧杯
高纯铝：1g	Fe	50mL　HCl（1 + 1）+ 15mL　HNO_3（2 + 3），玻璃烧杯
高纯铝：0.1 - 1g	B	5 - 20mL H_2SO_4（1 + 1）+ 3 次滴加 1mL　H_2O_2（30%）+ 3 次滴加 1mL　$HgCl_2$ 溶液（50g/100mL），石英烧杯
高纯铝：0.25	Ag	10mL H_2SO_4（1 + 1），玻璃烧杯
高纯铝：2g	Zn	40mL　HCl（1 + 1）+ 1mL $CuCl_2 \cdot 2H_2O$（150mg/100mL）玻璃烧杯
纯铝：0.5 ~ 2.5g	Be、Ca、Fe、Ga、Na、Ti、Zn	15 - 50mL　HCl（1 + 1），玻璃或石英烧杯
纯铝：0.5 ~ 2g	B、Cr、Cu、Pb、Ti、V	10 - 20mL NaOH（25%），如果必要可加水，聚四氟乙烯烧杯
纯铝：1 ~ 10g	Co、Mg、Ni	10 - 75mL NaOH（20%），聚四氟乙烯烧杯
纯铝：1 ~ 2g	Mn	20mL H_2SO_4（1 + 1）+ 10mL HNO_3（d = 1.4），玻璃烧杯
纯铝：1g	Ga	20mL 7mol/L　HCl，玻璃烧杯
掺有少量合金元素的铝 1 - 5g：0.5 ~ 2g	Co、Cu、Mn、Na、Sb、Sn、Zn、Cr、Fe、Ni、Pb、Ti	20 - 100mL HCl（1 + 1），如果必要可加 H_2O_2 10 ~ 100mL NaOH（20%）
铝铍合金：见铍		

样品重量	待测元素	分解试剂
铝/铜合金：1g	Cu	20mL 混合酸（70mL H_2SO_4（1 + 1） + 30mL HNO_3，（d = 1.4） + 7mL 浓 HCl）
铝/镁合金：0.25 - 2g	Mg	10 - 80mL NaOH（20%）
铝/硅合金：1g	Si	10g NaOH + 20mL H_2O，镍烧杯
铝/钒合金：1 ~ 5g	V、Zn	20 ~ 100mL 混合酸（300mL 浓 H_2SO_4 + 100mL H_3PO_4，（d = 1.71） + 600mL H_2O）
铝/锌合金：1g		20mL NaOH（25g/100mL），玻璃烧杯
氢氧化铝：7.5g	Cu、Fe、Ga、Mg、Mn、Ni、P、S、Si、Ti、V	10.3g + Na_2CO_3 + 3.3g $Na_2B_4O_7$（或 12g Na_2CO_3 + 4g H_3BO_3）20 分钟；1000℃，铂坩埚
氢氧化铝：1g	Zn	20mL H_3PO_4（d = 1.71），原子吸收光谱法测定
氢氧化铝：1g	Na	25mL 浓 H_2SO_4，加热至冒烟，AAS 测定
氢氧化铝：2g	F	热水解，2 ~ 4 小时．1000℃；石英器皿
三氧化二铝（或刚玉）：5g	Fe、Si、Ti、V	5g H_3BO_3 + 10g Na_2CO_3，10 分钟；1000℃；铂坩埚溶于 2mol/L H_2SO_4
三氧化二铝（或刚玉）：1g	Na	1.4g Li_2CO_3 + 1.75g B_2O_3，20 分钟；1150℃；铂坩埚
三氧化二铝：1g	Na	20mL 浓 HF + 50mL NH_3（1 + 1） + 20mL H_2O，铂皿，加热至猛烈冒烟
三氧化二铝：1g	Ca	7.2mL 浓 HCl + 2mL H_2O，12 小时；270℃；封闭玻管
三氧化二铝：2g	Cl、F	热水解，2 ~ 4 小时，1000℃；石英仪器
含砷矿石及残渣：2g	As	20mL HNO_3（d = 1.4），溶解后，同 20mL H_2SO_4（1 + 1）加热至猛烈冒烟；铁或镍坩埚
硫化砷：100g	Ag、Au	100mL 浓 H_2SO_4
三氧化二砷：0.1g	As	100mL 浓 H_2SO_4 + 0.5g S，煮沸除硫；滴定砷
三氧化二砷：0.2g	S	2mL 乙醇 + 3mL Br_2；5 分钟后加 5mL 浓 HCl 温热
纯金：0.25g	Au	0.625g Ag + 1g 试铅，于 1000℃分出铅，把铅粒溶于 HNO_3
金：100g	微量 Ag	100mL HNO_3（d = 1.4） + 300mL 浓 HCl + 50mL H_2O
金合金：0.5 - 1g	Ag、Au、Cd、Cu、Fe、Pb、Pt、Sn	2 ~ 15mL 王水
$KAu(CN)_2$：约 0.3g	Au	30mL 浓 H_2SO_4，加热到剧烈冒烟 2 ~ 5ml 王水
粗硼砂：5g	B	50mL H_2O，煮沸 5min，然后在蒸汽浴上 15min
铁硼合金：0.5g	B	50mL HCl（1 + 1） + 几滴浓 HNO_3
铁硼合金：1g	B	10g Na_2O_2，慢慢加热至 900℃，铁坩埚
铁硼合金：1g	B	3g $NaKCO_3$ + 5g Na_2O_2，铁坩埚
硼化钛：0.25g	B	5g Na_2O_2；样品上下再放一层 Na_2CO_3（各 5g）铂坩埚

样品重量	待测元素	分解试剂
氮化硼：0.25g	N	15mL　HF（20% – 30%），150℃，4 小时，有电磁搅拌的聚四氟乙烯内衬增压器
氮化硼：0.2g	N	10g　$LiOH·2H_2O$，镍坩埚中熔融，用石英器皿
重晶石（$BaSO_4$）：1g	Al、Fe、S、Si、Sr	与 2g Na_2CO_3 混合，再覆盖 7 ~ 9g Na_2CO_3，烧结，在加盖铂坩埚内于 1200℃加热 20 分钟，用 20mL 热水溶解铂坩埚，用 5mL 浓 H_2SO_4 加热至冒烟
绿柱石 0.5g:	Be	3g　KF
铍：1g	Al、Fe、Ni	40mL　HCl（1 + 1）
铍：0.5 ~ 1g	B、si	50mL NaOH（45g/100mL）
铍：1g	Cu	15mL HNO_3（d = 1.4）+ 少量水
铍：0.3g	F	35mL H_2SO_4（d = 1.84）+ 25mL　H_2O
铝/铍合金：0.25 ~ 0.50g	Be	20mL HCl（1 + 1）+ 2mL HNO_3（1 + 1）
铜/铍合金：5g	Be、Cu	42mL 混合酸（300mL 浓 H_2SO_4 + 210mL 浓 HNO_3 + 750mL H_2O）
铍铁合金：2g	Be	50mL HNO_3（1 + 1）+ 10mL　H_2O
镍/铍合金：5g	Be	50mL 浓 H_2SO_4 + 50mL 浓 HNO_3
铋矿石：1g	Bi、Mo、Pb、Sb、Sn、W	20g Na_2O_2，镍坩埚
铋矿石：1 – 5g	As	HNO_3（d = 1.4），用 20mL H_2SO_4（1 + 1）加热至冒烟
铋：2.5g	As	20mL 浓 HNO_3，用 15mL H_2SO_4（1 + 1）加热至冒烟
铋：1g	Pb	氯化 300℃；溶解铅渣于 HNO_3（1 + 1）
铋：2 – 10g	Ag、Cu、Te	10 – 50mL HNO_3（1 + 1）
铋合金：1g	Bi、Cd、Cu、Pb	5g 酒石酸 + 10mL H_2O + 10mL HNO_3（1 + 1）
铋合金：1g	Sn	25mL 浓 H_2SO_4
活性碳：3g	微量 Hg	10mL 浓 H_2SO_4 + 25mL 浓 HNO_3 + 0.1gV_2O_5，回流下加热 2 小时
焦碳、焦炭灰：0.25g	Cr、Cu、Fe、Ni、Ti、V	3g $Na_2B_4O_7$，20 分钟，1000 ~ 1100℃，铂坩埚
焦碳、焦炭灰：0.25g	Ai、Ca、Si	2.5g Na_2CO_3，20 分钟，1000 ~ 1100℃，铂坩埚
焦碳、焦炭灰：0.1g	K、Na	用 2mL HNO_3（1 + 1）+ 2mL　$HClO_4$（1 + 4）+ 5mL　HF，溶残渣于 H_2SO_4
焦炭、焦炭灰：1g	S	3g MgO + Na_2CO_3（2 + 1），750 ~ 800℃铂坩埚
焦炭、石墨：0.5g	S	在 O_2 中燃烧，1250℃
沥青：0.1 ~ 0.5g	S	在 O_2 气流中燃烧，900 ~ 1000℃
石灰石：0.25g	Mg	10mL　HCl（1 + 1）
莹石：见氟		

样品重量	待测元素	分解试剂
石膏：0.5g	Al、Ca、Fe、Mg	溶于 40mL 热的约 24mol/L HCl 并加 150mL 水，煮沸 5～10 分钟
镉：0.25g	Cu、Fe、Pb、Tl、Zn	150mL HNO_3（1+1）
镉飘尘镉渣：0.5～2.5g	Cd、Cu、Pb、Tl、Zn	10～50mL HNO_3（1+1），用 20mL H_2SO_4（1+1）；加热至冒烟
镉飘尘，镉渣：2～5g	Bi	12～13g Na_2O_2，铁坩埚
钴矿石、矿渣及刮屑：2g	Co、Cu、Ni、Pb	25mL 浓 HNO_3 + 10mL H_2O，用 H_2SO_4（1+1）剧烈冒烟
	Co、Cu、Ni、Pb	15～20g Na_2O_2 + 1g $NaKCO_3$，熔融 10 分钟，三氧化二铝坩埚
钴：2.5～4g	Co、Ni	50mL HNO_3（1+1）
钴：1g	Ca、Cu、Fe、Mn、Ni、Zn	50mL HNO_3（2+3）
钴：10g	Si	200mL 混合酸（5 个体积浓 HCl + 1 个体积浓 HNO_3，如果需要再加 HF）在 60－70℃溶解样品
钴合金（0.1～0.5%Co）：0.15～0.5g	Co	5mL HCl + HNO_3（3+1），小心温热
钴合金－见“硬质合金”		
氧化钴；2g	Cu、Mn、Ni	25mL 浓 HCl + 少量水
铬铁矿；0.5g	Cr	10g Na_2O_2，刚玉坩埚
铬矿石：1g	Cr	15g Na_2O_2 + 2g NaOH + 3g $NaKCO_3$，缓慢加热（10 分钟）到红热；铁坩埚
铬矿石：1g	Fe、P	30mL 浓 $HClO_4$ 煮沸 3～5 小时
铬：1g	Cr	15g Na_2O_2 + 2g NaOH + 3g $NaKCO_3$，铁坩埚（衬一层熔融氢氧化钠）
铬：1～2g	Si	40mL H_2SO_4（1+1）
铬：10g	S	250mL H_3PO_4（d=1.4）小心温热
铁铬合金：0.5g	Cr	8g Na_2O_2 + 4g $NaKCO_3$，在镍坩埚中熔融
铁铬合金：0.5g	Cr	8g Na_2O_2；再覆盖 2g Na_2O_2，5 分钟，600～700℃；铁坩埚
铁铬合金：0.2～1g	C、S	0.5g Sn + 1g Fe，在 O_2 气流中燃烧，1350℃
铁铬合金：1g	Si	40mL H_2SO_4（1+4）
铁铬合金：1～10g	N	100mL H_2O + 10～40mL 浓 H_2SO_4
碳化铬：0.5g	Cr	10～15g Na_2O_2，铁坩埚
碳化铬：1g	Fe	10～20mL $HClO_4$（d=1.67），铂皿；加热至冒烟
碳化铬：0.5～1g	Si	5g Na_2CO_3 + 2g HNO_3（分几次加），铂皿中熔融
铬钢：（见铁）		
铜矿石、黄铜矿、冰铜：2～5g	Pb	20～40mL HNO_3（2+1）+ 20～40mL H_2SO_4（1+1），温热溶解加热至冒烟

样品重量	待测元素	分解试剂
铜矿石、黄铜矿、冰铜：2～5g	Bi、Sb	50mL HNO_3（2+1）
含铜渣、灰、刮屑；10g	Cu	加入 50mL H_2O、50mL HNO_3（1+1），10 分钟后加入 50mL HNO_3（2+1）和 2～3mL HF（40%）
纯铜：5g	Cu	42mL 混合酸（300mL 浓 H_2SO_4 + 210mL 浓 HNO_3 + 750mL H_2O）
沉积铜、黑铜、转炉铜、阳极铜：10～20g	Cu	100mL H_2O + 200mL 浓 HNO_3
废铜：10g	Cu、Ni、Pb	100mL HNO_3（1+1），溶解时冷却，然后加热
粗铜：25g	Cu、Bi、Ni、P、Pb、Sb、Sn	50mL H_2O，然后分几次加入 200mL HNO_3（1+1）溶解时冷却，然后加热
粗铜：5g	Fe	40mL HCl（7+3）+40mL H_2O_2（30%）
粗铜：0.5～5g	Se、Ti	25～125mL H_2SO_4（1+4），然后慢慢加 10－30mL H_2O_2
铜合金：2g	Cu、Al、Bi、Be、Cd、Co、Cr、Fe、Mg、Mn、P、Ni、Pb、Zn	25mL HNO_3（1+1），然后用 20mL H_2SO_4（1+1）加热至剧烈冒烟
铜合金：2g	Sn	25mL HNO_3（1+1），SnO_2·aq 留于残渣中
青铜：2g	Sn、Cu、Pb	25mL HNO_3（1+1），SnO_2·aq 留于残渣中
黄铜：1～5g	Cu、Pb、Zn	20－50mL HNO_3（1+1）
铜合金：1～2g	Si	20－40mL HNO_3（1+1），然后用 20mL 浓 HCl 加热至干
铜/硅合金：2g	Cu	25mL HNO_3（1+1），溶 SiO_2 于 HF，电解测定铜
铜合金：1g	S	50mL 混合物（1kg HI（D=1.7）+ 500g HCOOH（98%－100%）+ 100g 次磷酸钠）
铜/铝合金；见铝		
铜/铍合金；见铍		
铜/镍合金；见镍		
萤石精矿：0.7g	F	70mL $HClO_4$（d=1.67）+约 50mL H_2O，蒸馏氟化氢
CaF、AlF、Na_3AlF_6：0.1g	F	热水解，加 0.4gV_2O_5，1 小时，1000～1050℃；镍设备
Na_3AlF_6；0.5g	F	2g SiO_2 + 8g $NaKCO_3$，最高 700℃；铂坩埚
AlF_3，Na_3AlF_6：0.5g	Al、Ca、Fe	5g $K_2S_2O_7$，700℃；铂坩埚
AlF_3，Na_3AlF_6：0.5g	Si	12g H_3BO_3 + 5g Na_2CO_3，20 分钟，1000℃；铂坩埚
CaF_2，AlF_3，Na_3AlF_6：0.2g	Ba	二次用 4mL $HClO_4$ 加热至干，然后用 5g Na_2CO_3 熔融残渣，1000℃；铂坩埚
Na_3AlF_6；0.5g	Na	5mL 浓 H_2SO_4，加热至冒烟，铂皿
AlF_3，Na_3AlF_6：0.2～0.5g	S	0.3～0.5mL $HClO_4$，加热至冒烟，铂皿

样品重量	待测元素	分解试剂
铁矿石：0.5g	Fe	几毫升水 + 25mL 浓 HCl，煮沸，加 5mL HNO_3（85%）。用 HF + H_2SO_4 加热至干，再用 3g $Na_2S_2O_7$ 熔融
铁矿石：0.5g	Fe	0.3g Na_2CO_3，800 ~ 1000℃烧结 10 分钟然后溶于 30mL HCl（1 + 1）
铁矿石：0.5 ~ 2g	Si	几毫升水 + 25mL 浓 HCl，煮沸，加 5mL HNO_3（d = 1.42）。煮沸几分钟，然后用 25mL 70% $HClO_4$ 加热至冒烟
铁矿石：0.25 ~ 1g	Al	10 ~ 20mL 浓 HCl + 5 ~ 10mL HNO_3
铁矿石	Ca，Gg，Mn	30mL 浓 HCl + 10mL HNO_3（d = 1.4）
铁矿石；0.5g	Ti	3g$NaKCO_3$ + 2g$Na_2B_4O_7 \cdot 10H_2O$，15 分钟；900—1000℃
铁矿石；0.5g	V	4gNa_2CO_3 + 2g$Na_2B_4O_7 \cdot 10H_2O$；如果需要，加 $NaNO_3$ 熔 10 分钟
铁矿石；1g	Cr	5gNa_2CO_3 + 5gNa_2O_2，镍埚，红热
铁矿石；0.5—4g	P	20—50ml 浓 HCl + 5mL HNO_3（d = 1.4）
铁矿石；0.5—5g	全 S	10gNa_2CO_3 + 5gNa_2O_2，镍坩埚
铁矿石；0.3g	Fe	2gNa_2，锆坩埚，红热下熔融至清，用 10ml 水提取，然后酸化
铁矿石；0.1g	全 Fe 或 Fe（Ⅱ）	10g 缩合磷酸（85% H_3PO_4 加热至 300℃），石英管，在 290℃加热 30 分钟，溶于水
黄铁矿；0.5g	S	15mL 浓 HNO_3 + 5mL 浓 HCl，室温下 12 小时，煮沸赶 HNO_3
黄铁矿；0.5—1g	Cu	35mL 王水 + 几滴 HF（40%），室温下几小时；煮沸赶 HNO_3
黄铁矿；0.5g	Cu	6g 混合熔剂（1 份 Na_2CO_3 + 1 份 K_2CO_3 + 2 份 Na_2O_2），三氧化二铝坩埚；熔块溶于 HCl
煅烧过的黄铁矿；5g	Cu	60mL 浓 HCl + 30mL 浓 HNO_3 + 少许 $KClO_3$，室温下 12 小时
煅烧过的黄铁矿；0.3 ~ 0.5g	S	0.5g 金属钾 + 少许 Na_2CO_3，熔融；过量的钾溶于 CH_3OH 并蒸出 H_2S
煅烧过的黄铁矿；2g	Pb，Zn	20mL 浓 H_2SO_4 + 5mL 发烟 HNO_3（必要时可多加 HNO_3），1—2 小时，凯氏烧瓶
生铁、铸铁；1g	全 C	O_2 气流，1200—1300℃
生铁、铸铁；1g	游离 C	50mL HNO_3（1 + 1）+ 1 - 2mL HF（40%）
生铁、铸铁；1—5g	Si	20—50mL HCl（1 + 1），然后用 HNO_3 氧化
合金钢；0.5—2g	Si	30—50mL 混合酸〔1 个体积 HNO_3（d = 1.4）+ 3 个体积 $HClO_4$（60%）〕
铁、铁；0.2g	Mn	15mL HNO_3（1 + 1）
铬钢；1g	Mn	50mL H_2SO_4（1 + 5）
生铁、钢；0.5—2g	P	20—50mL HNO_3（1 + 1），如果需要，可加 HF，最后氧化用 $KMnO_4$

样品重量	待测元素	分解试剂
铬钢；0.2—0.5g	P	40ml HNO_3(1 + 1) + 15ml 浓 HCl + 40ml $HClO_4$（70%）+ 10 - 15 滴 HF（40%）
生铁、钢；0.5—1g	S	O_2 气流，1400℃
生铁、钢；5—10g	S	100ml 浓 HCl
钢；1g	B	15ml H_2SO_4（1 + 1）+ 5ml H_2O_2（15%），回流下
铬钢；0.25—2g	Cr	60ml H_2SO_4（1 + 5）+ 10ml H_3PO_4（d = 1.7），最后氧化用 HNO_3
钴钢；0.25—1g	Co	20—40ml HCl（1 + 1）+ HNO_3；如果需要，可用 20ml $HClO_4$ 加热
含铜钢；2.5g	Cu	40ml HCl（2 + 1）+ 10ml HNO_3（d = 1.4）
钢；5—10g	Mg	700ml 浓 HCl；用 3.5ml HNO_3（d = 1.4）+ 0.25—0.5g $KClO_3$ 氧化
钼钢；0.25—10g	Mo	20—70ml H_2SO_4（1 + 5），最后氧化用 HNO_3
镍钢；1—3g	Ni	10 - 20ml $HClO_4$（60%）
含碲钢；2g	Te	20mlHBr/Br_2（95ml HBr（48%）+ 5ml Br_2）
刀具钢；0.5—3g	V	60ml H_2SO_4（1 + 5）+ 10ml H_2PO_4（d = 1.7），最后氧化用 HNO_3
钨钢；0.5—5g	W	50—100mL HCl（1 + 1）
铬/镍钢；0.5g	Cr	10ml $HClO_4$（70%）+ 10ml H_2PO_4（85%）
铬/镍钢；0.5g	Ni	10ml $HClO_4$（70%）+ 20ml HNO_3/HCl（10ml 浓 HNO_3 + 30ml 浓 HCl + 40ml H_2O）
铁类合金——见其他合金成份项		
镓；2g	Cμ，Fe，Zn	30ml HCl（1 + 1）+ 5ml HNO_3（1 + 1）
三氧化二镓；0.5g	Ga	10ml 浓 HCl
锗原料；0.5—1g	Ge	2.5—5gNa_2CO_3；用少量 Na_2O_2 覆盖，缓慢升温溶融
二氧化锗；5g	As	10ml 水 + 10ml 浓 HNO_3 + 100ml 浓 HCl 煮沸 1—2 小时
铟（原料）；1—2.5g	In	25ml 浓 HNO_3 + 25ml 浓 H_2SO_4，加热至冒烟
铟；1g	Cd，Pb，Zn	15ml HBr（d = 1.38）
铟；1g	Cu	10ml HNO_3（1 + 1）
铟；1g	Fe，Tl	25ml 浓 HCl
铟；25g	Sb，Sn	30ml $FeCl_3$ 溶液（100g$FeCl_3 \cdot 6H_2O$，加浓 HCl 至 1L）+ 5ml 用 Br_2 饱和的浓 HCl
汞矿石、熔渣、半成品；1—10g	Hg	5—10mlH_2O + 15 - 60ml 混合酸（HCl/$HNO_3$5 + 1）
锂矿石；0.2g	Li	5ml 浓 H_2SO_4 + 10ml HF（40%）
锂；2g	K，Na	50ml 二氧杂环已烷，然后加 5ml 二氧杂环已烷/H_2O（1 + 1）

样品重量	待测元素	分解试剂
锂化合物；100g	Al，Ca，Fe，K，Mg，Na	200ml H_2O + 250ml 浓 HCl
镁；0.5—1g	Al，Fe	15—20ml HCl（1 + 1）
镁；0.1—1g	Cd，Zn	5ml H_2SO_4（1 + 1）
镁；1g	Cu	50ml H_2O + 10ml H_2SO_4（1 + 1）+ 5ml HNO_3（1 + 1）
镁合金；1g	Al，Cd，Cr，Fe，Pb，Zn	50ml H_2O + 10ml H_2SO_4（1 + 1）
镁合金；1g	Ca，稀土，Ni，Th，Zr	25ml HCl（1 + 1）
镁合金；1g	Cu，Mn	10ml H_2SO_4（1 + 1），然后加 5ml HNO_3（1 + 1）
镁合金；1g	Si	50ml 溴水，14ml H_2SO_4（70ml 浓 H_2SO_4 加水至 250ml）
镁合金；1g	Cu	25ml H_2O + 13ml Hr/Br(250ml HBr 中加 1 滴 Br_2)
镁/铝合金；1g	Al	25ml HCl（1 + 1）
镁/镉合金；1—2g	Cd	25ml H_2SO_4（1 + 9）
镁/铜合金；1—2g	Cu	50ml HCl（1 + 1）滴加 30% H_2O_2
锰矿石；0.3—0.4g	Mn	10ml 浓 HCl + 10ml HNO_3（d = 1.4）+ 4 - 5ml HF（48%）+ 10ml $HClO_4$（70%），加热至胃 $HClO_4$ 烟
锰矿石；1g	Mn，Fe，P	50ml 浓 HCl
锰矿石；0.2—0.4g	Si	6g KON，3—4 分钟；450—500℃，银皿
锰矿石；5g	As	15g Na_2O_2，镍坩埚
锰；1g	Mn	30ml HNO_3（d = 1.4）
锰；1g	Si	30ml 混合酸〔6 个体积 $HClO_4$（60%）+ 1 个体积 HNO_2（d = 1.4）〕
锰铁合金；0.25g	Mn	15ml HNO_3（1 + 3）+ 8ml $HClO_4$（70%）
锰铁合金；1g	Mn，P	30ml 浓 HNO_3
锰铁合金；1g	Si	30ml HNO_3 + 60ml H_2SO_4（1 + 1）
锰铁合金；1g	Cr	12g Na_2O_2 + 6g $NaKCO_3$，镍坩埚
锰铁合金；2.5g	As	20g Na_2O_2，镍坩埚
硅锰合金；0.3g	Mn	10ml HF，然后滴加 HNO_3，最后用 8ml $HClO_4$（70%）加热至冒烟
二氧化锰（电解的）；5g	Co，Cu，Fe，Ni	30ml 6mol/L HCl + 1ml H_2O_2（30%）
二硫化钼精矿、煅烧过的钼矿石；1g	Mo	15g Na_2O_2与样品混合，再覆盖 5g Na_2O_2，铁坩埚
煅烧过的钼矿石；1g	Al	5g $K_2S_2O_7$，铂皿
二硫化钼精矿、煅烧过的钼矿石；1—2g	Bi	5ml 浓 H_2SO_4 + 5 - 10ml HNO_3（d = 1.4），铂皿；加热至冒烟
煅烧过的钼矿石；1g	Ni	用 10ml NH_3（d = 0.91）蒸发，然后用 6ml HF（d = 1.13）处理，聚四氟乙烯皿

样品重量	待测元素	分解试剂
二硫化钼精矿、煅烧过的钼矿石；0.5g	P	25ml 浓 HCl + 20ml HNO_3（d = 1.4）+ 10ml $HClO_4$（d = 1.67）加热至冒烟
二硫化钼精矿、煅烧过的钼矿石；1g	Pb，Sn	10ml HNO_3（d = 1.4），用氨水提取残渣，钼溶解
二硫化钼精矿、煅烧过的钼矿石；1—2g	Re	1g $NaClO_3$ + 20ml HNO_3（d = 1.4）
煅烧过的钼矿石；1g	Sb	10ml H_2SO_4（1 + 1）+ 20ml HF（d = 1.16）+ 10 - 15 滴 HNO_3（d = 1.4），铂皿；蒸发至干
二硫化钼精矿、煅烧过的钼矿石；1g	Se	8g Na_2O_2 + 3g Na_2CO_3，然后再覆盖 2g Na_2O_2，镍坩埚
煅烧过的钼矿石；0.5—1g	Zn	10g $NaKCO_3$，铂皿
钼；0.5g	Mo	20—40ml HNO_3（1 + 1）
钼铁合金；1g	Mo	15g Na_2O_2；镍坩埚
钼铁合金；0.5g	Mo，Si	10ml HNO_3（1 + 1）+ 10ml H_2SO_4（1 + 1），加热至冒烟
钼铁合金；3g	W	50ml HCl（1 + 1）+ 浓 HNO_3（滴加）
钼铁合金；1.25g	Cu，P	20ml 浓 HCl + 5ml 浓 HNO_3
三氧化钼；1.5g	Si	2.5g Na_2CO_3 与样品混合，再覆盖 2.5g Na_2CO_3，铂皿
铌、钽矿石、精矿；1g	Nb，Ta，Al	10g $K_2S_2O_7$，铂皿
铌、钽矿石、精矿；1—2g	Nb，Ta	18g Na_2O_2 与样品混合，再覆盖 5g Na_2O_2，镍坩埚
铌、钽矿石、矿渣；1—2g	Nb，Ta	用 2ml 浓 H_2SO_4 加热至干，然后用 15g Na_2O_3 溶融，再用 5g Na_2O_2 进行第二次熔融，三氧化二铝坩埚
铌、钽精矿；1g	Ca	20—25g Na_2O_2，镍坩埚
钽矿石；0.1—1g	F，Cl	加 1g SiO_2 + 0.5g V_2O_5，热水解 1000—1300℃；石英仪器
铌、钽精矿；1g	Si	用 10g $K_2S_2O_7$ 熔融，然后用 40ml 浓 H_2SO_4 浓 H_2SO_4 加热至干，铂皿
铌、钽精矿；1g	Si	18g Na_2O_2 + 5g Na_2CO_3，镍坩埚
铌、钽精矿；2.5g	Sn	20—25g Na_2O_2，铁坩埚
铌、钽精矿；0.1g	Ti	4g $K_2S_2O_7$，铂皿
钽矿钽石:；0.25g	U	用 0.5ml 浓 H_2SO_4 + 0.5ml $HClO_4$（d = 1.67）蒸发至干，然后用 3g $K_2S_2O_7$ 熔融，石英坩埚
铌、钽精矿、矿渣；1g	Zr	15g $NaKCO_3$ + 2g H_3BO_3，铂皿
铌、钽；2g	Nb，Ta	10ml HF（d = 1.13），滴加 HNO_3，铂皿
铌；10g	Ta，Fe	25ml HF（40%）；滴加 HNO_3；用 40ml H_2SO_4（1 + 1）加热至冒烟，铂皿
钽；2g	Nb	灼烧 30 分钟，然后用 10g $K_2S_2O_7$ 熔融，石英坩埚
铌、钽；5g	Mo，W	30ml HF（d = 1.13），然后滴加 HNO_3，聚四氟乙烯皿
铌；0.5g	Mo，W	10ml 浓 H_2SO_4 + 3g NH_4HSO_4，铂坩埚

样品重量	待测元素	分解试剂
铌：0.5g	Fe	2mL HF，滴加 HNO_3（1+1），铂坩埚
铌、钽：1~5g	Co、Cu、Fe、Mn、Ni	10~30mL HF（d=1.13），滴加 HNO_3（d=1.4），铂皿
铌：1g	N	10mL HF+5mL HCl，然后加 HF+H_2O_2，铂坩埚
钽：0.5g	N	1g $K_2S_2O_7$+2mL H_3PO_4（d=1.71）+10mL HI（d=1.3），聚四氟乙烯皿
铌铁合金：0.5g	Nb、Ta、Ti	40mL 混合酸（200mL HCl+300mL H_2O+200mL HF 用 H_2O 稀至 1 升）；最后滴加 HNO_3 塑料器皿
铌钽-铁合金：1~2g	Nb、Ta	15g Na_2O_2+2.5g K_2CO_3+2.5g Na_2CO_3，铂坩埚
铌钽-铁合金：1g	Nb、Ta	18g Na_2O_2 熔融；然后再用 10g Na_2O_2 熔解，三氧化二铝坩埚
铌钽-铁合金：0.5~1g	Si、Ti	20g $K_2S_2O_7$，铂皿
铌钽-铁合金：1~2g	Sn	15g Na_2O_2，镍坩埚
碳化钽/铌：0.1~0.2g	Mo、W	1mL HF（d=1.13），2~3 滴 HNO_3，用 H_2SO_4 冒烟，铂皿
氧化钽/铌：0.25g	Mo、W	2~3g $NaKCO_3$，铂皿
氧化钽/铌、碳化钽/铌：1~5g	Co、Cr、Fe、Mn	10~30mL HF（d=1.13），滴加 HNO_3（d=1.4），铂或聚四氟乙烯皿
氧化钽、碳化钽：0.1~1g	B	5g $(NH_4)_2SO_4$+20mL 浓 H_2SO_4，带有回流冷凝管的熔融石英烧瓶
氧化铌/钽：0.5~1g	Si	5g NaOH，镍坩埚
氧化铌/钽：1g	P	12g Na_2O_2，镍坩埚
镍矿石和矿渣：2~5g	Ni、Co、Cu	10mL H_2O+25mL HNO_3（d=1.4），用 40mL H_2SO_4（1+1）冒烟
镍：2.5g	Ni	50mL HNO_3（1+1），若需要可加 10mL 浓 HCl
镍：1g	Co、Fe	20mL HNO_3（2+3），用 10mL 浓 HCl 蒸发至干
镍：10g	Cu、Mn、Pb、Zn	100mL HNO_3（2+3）
镍：2.5g	Al、Mg	25mL HNO_3（1+1）
镍：1g	Si	25mL HNO_3（1+4）
镍/铁合金：5g	Ni	50mL 浓 H_2SO_4+50mL 浓 HNO_3
镍/铜合金；	Co、Cu、Fe、Ni、Mn	20mL 混合酸（200mL H_2O+200mL HNO_3+600mL $HClO_4$）
镍/铜合金：1-2g	Sn	5mL HCl+20mL HNO_3（1+1）
镍/铬合金：0.5g	Ni	20mL 混合酸（10mL HNO_3+40mL H_2O+30mL HCl），用 10mL $HClO_4$ 冒烟
镍/铬合金：0.5g	Cr	10mL $HClO_4$（70%）+10mL H_3PO_4（85%）
镍/铍合金；见铍项		
磷酸盐矿石：0.1g	P、Fe、Si	4g 混合熔剂（100g $NaKCO_3$+30g $Na_2B_4O_7$+0.5g KNO_3），5 分钟；亮红热；铂坩埚
白磷或红磷：1g	微量元素	50mL 7mol/L HNO_3，石英器皿

样品重量	待测元素	分解试剂
P_2S_3：0.5g	P、S	40mL　NaOH（5%）+ 10g Na_2O_2，用 H_2O 稀至 150mL，然后煮沸 15 分钟
P_2S_3：1g	Fe	10mL　NaOH（30%）+ 30mL H_2O_2（15%），石英烧杯
磷铁合金：0.5g	P	20mL 浓 HNO_3（用 Br_2 饱和）+ 1mL 浓 H_2SO_4 + 1 – 2mL HF（40%），铂皿
磷铁合金：1g	P	3g $NaKCO_3$ + 5 ~ 7g Na_2O_2，三氧化二铝坩埚
磷铁合金：0.2 ~ 0.5g	Mn	HF（40%）+ HNO_3（d = 1.4），用 15mL H_2SO_4（1 + 1）冒烟
磷铁合金：0.3g	Si	40mL 1.5mol/L　H_2SO_4 + 10mL 3mol/L　HNO_3 + 2.5mLHF（40%），>3 小时，80℃；聚丙烯烧杯
磷铁合金：2.5g	Cr、Mn、V	20mL 浓 HNO_3 + 5mL 浓 H_2SO_4 + 5mL　HF（40%），铂皿
铜银磷合金：0.5g	P	25mL HNO_3（2 + 3）
磷酸盐、聚磷酸盐：0.5g	Fe、P	4g　NaOH，30 分钟，400℃；金皿
聚磷酸盐：1.5g	P 碱金属	用 25mL　0.5mol/L H_2SO_4 煮沸 3 个小时，回流下煮沸
铅矿石：2g	Pb、Bi、Sb、Sn	10g Na_2O_2 与样品混合，再用 Na_2O_2 + 1gNaOH 混合物覆盖，铁坩埚
铅矿石：1g	Pb、Zn	30mL 浓 $HC10_4$ + 3mL HNO_3
铅矿石：2g	Cu	30mL浓 HC1，温热至释出 H_2S，加 5mL HNO_3（d = 1.4）蒸发至小体积
铅矿石：1 – 2g	Zn	用 20mL 浓 HC1 煮沸，然后加 10 浓 HNO_3 + 20mL H_2SO_4（1 + 1）并蒸发至干
铅矿石：1 ~ 5g	As	用浓 HNO_3 分解，然后用 20mL H_2SO_4 冒烟
铅：2 ~ 5g	Cu、Zn	10 ~ 20mL 浓 H_2SO_4
铅：10g	Bi、Sb、Sn	40mL 酒石酸溶液（20g/100mL）+ 25mL 浓 HNO_3
铅：25g	Fe、Zn	250mL HNO_3（1 + 1）
铅：50g	As、Fe、Sb、Sn	250mL HNO_3（1 + 4）
铅：20g	Ag、Bi、Cu	100mL HNO_3（1 + 3）+ 1g 酒石酸
铅：10g	As	300mL $FeCl_3$ 溶液（250g $FeCl_3 \cdot 6H_2O$ 加浓 HC1 至 1 升）
铅合金：2g	Pb、Cu	20mL HBr/Br_2（20mL Br_2 + 180mL HBr）
铅合金：10g	Pb、Te、Sb、Sn	100mL　$HC1/Br_2$（10 ~ 15mL Br_2 + 100mL 浓 HC1）
铅合金（硬铅）10g:	Pb、Cd、Cu	100mL HNO_3（1 + 1）+ 100mL 饱和酒石酸溶液
铅合金：10g	Ba、Ca、Fe、Li、Na、Ni、Sn、Zn	60mL HNO_3（1 + 2）
铅合金：2 – 10g	Al、As	20 – 60mL 浓 H_2SO_4
铅合金：10g	Sn	50mL 浓 HC1（如果需要，可加些 $KC10_3$）
四氧化三铅：1g	Pb 杂质	15mL2mol/L　HNO_3 + 3mL H_2O_2（30%）
四氧化三铅：10g	金属铅	50mL醋酸胺（50%）（5g　$N_2H_4 \cdot HC1 - CH_3COOH$，加水至 150mL）

样品重量	待测元素	分解试剂
PbO：2g	Pb	30mL HNO_3（1+2），用 H_2SO_4（1+1）冒烟
纯铂：1g	Pt	20mL 王水，然后加 3-5mL HCl（1+1）蒸发 5 次
纯钯：0.25g	Pt、Pd、Ir、Rh	20mL 稀王水（1+1）
铑：1g	Rh、Pd、Pt、Au	氯化，溶于王水（$RhCl_3$ 保持不溶），氯化温度为 70℃
钌：1g	Ru、Os、Pd、Ir、Rh、Pt	8g KOH + 1g KNO_3，镍、银或金坩埚
锇：10g	Os	氧气流、600~850℃，生成 O_3O_4
锇：1g	Ru、Rh、Pd、Ir、Pt	4g KOH + 1g KNO_3
铱：1g	Ru、Rh、Pd、Os、Pt	氯化，600℃；用稀王水（1+2）提取残渣
铱锇矿：1g	Os、Ir、Rh、Ru、Pd、Pt、Au	8g KOH + 1g KNO_3，用各种方法处理残渣
铂灰：0.5~1g	Pt	15mL 王水
钯灰：0.5~1g	Pd	15mL 王水
阳极泥：5~12.5g	Pd、Pt、Ag、Au	60mL 浓 H_2SO_4，煮沸 20 分钟
催化剂：6~10g	Pt	稀王水（1+3），12 小时，水浴
锑矿石、矿渣、飘尘：2g	Sb、Sn	20g Na_2O_2，700℃；铁坩埚
锑矿石、矿渣、飘尘：2g	As	20mL 浓 HNO_3，用 20mL H_2SO_4（1+1）冒烟
锑矿石、矿渣、飘尘：5g	Cu、Pb	100mL HBr + 10mL Br；蒸发，用 50mL HNO_3（1+1）冒烟残渣
锑：0.2g	Sb	20mL 浓 H_2SO_4，然后加 40mL 浓 HCl + 30mL H_2O
锑：2.5g	Bi、Sn	50mL HCl/Br_2（150mL Br_2 + 100mL 浓 HCl）
锑：5~10g	As	250mL $FeCl_3$ 溶液（350g $FeCl_3 \cdot 6H_2O$ + 1000mL 浓 HCl）
锑：10g	Cu、Fe、Ni、Pb、Zn	200mL HCl/Br_2（150mL Br_2 + 100mL 浓 HCl）
锑：5g	S	30mL HBr（2+1）
锑合金；见锡		
Sb 205：0.14g	Sb	10mL 浓 H_2SO_4 + 0.5g S，煮沸降硫滴定锑
硒和碲矿石、精矿；50g	Se、Te	用水润湿然后加 200mL 浓 HNO_3
硒：1g	Se	30mL H_2O + 2g $KBrO_3$
硒：25g	Te	50mL HNO_3（d=1.3），用 20mL H_2SO_4（1+1）蒸发 2 次
含硒岩石和沉积物：0.5~1g	Se	30g 缩合磷酸（85% H_3PO_4 加热至 300℃）和 0.1g NH_4Br，玻璃烧瓶，慢慢加热至 290℃，在空气流中蒸出 $SeBr_4$
碲：0.5g	Te	50mL HCl（1+1）+ 1g $KBrO_3$
碲：10g	Se	100mL HCl（1+1）+ 8~10g $KBrO_3$
纯硅：1g	Al、Ca、Fe、Na、P、Ti	1mL H_2SO_4（1+1）+ 20mL HF。然后滴加 3mL 浓 HNO_3，再用 1mL HF + 5mL HNO_3 + 5mL H_2SO_4（1+1）加热至冒烟
硅、硅铁合金：0.4~0.5g	Si	5g $KNaCO_3$，覆盖 1g NO_2CO_3 熔融；分次加入 8g Na_2O_2 并再熔融，镍坩埚

样品重量	待测元素	分解试剂
硅铁合金：0.1g	Si	40mL 1.5mol/L H_2SO_4 + 10mL3mol/L HNO_3 + 2.5mL HF（40%），3 小时；80℃；聚丙烯烧杯
硅铁合金：1～2g	Fe、Si	20～30mL HF（40%），滴加 HNO_3（d=1.4），铂皿
硅铁合金：1g	Al、Ca、Fe、Ti	象处理纯硅一样用 HF/H_2SO_4 冒烟，用 $Na_2B_4O_7$ 在 1100℃熔融残渣
硅铁合金：0.25g	Al、P	10mL HNO_3（1+1）；分次加 5mL HF（40%），铂皿
锰硅合金：1g	Si	5g $NaKCO_3$，覆盖 2g $NaKCO_3$，然后分次加 2g Na_2O_2，镍坩埚
锰硅合金：1g	Mn	30mL HNO_3（d=1.4）+2mL HF（40%），铂皿
Si3N4：0.25g	Al、Ca、Fe	15mL HF（20～30%），6 小时；150℃；有电磁搅抖的聚氟内衬增压器
SiC：0.2g	C	3g 硼酸铅；氧气流，1 小时；未上釉瓷舟
石英、砂子：1～2g	主要杂质	在 1mL H_2O + 10mL HF（40%）+ 1mL H_2SO_4（1+1）溶液中放置 12 小时，然后用 5mL HF + 0.5mL H_2SO_4 冒烟，金皿、溶于 HCl（1+1）
硅酸盐（普通）：	主要成份	把样品与 8 倍样品量的 Na_2CO_3 混合，开足喷灯熔融 30 分钟，不适于难溶硅酸盐把样品与 8 倍样品量的 Na_2CO_3 + $Na_2B_4O_7$ 混合，开足喷灯熔融 30 分钟，适于所有的硅酸盐，包括锆矿石 0.5g 样品 + 2g Na_2O_2 + 1.5g NaOH；440℃烧结 30～60 分钟，适于难溶硅酸盐；不适于锆矿石 0.5g 样品 + 2g KHF_2；小心驱除水份，然后开足喷灯加热 1 分钟，适于所有的硅酸盐 0.5g 样品 + 3g LiF + 2g B_2O_2；开喷灯加热 15 分钟，不适于所有的难溶硅酸盐 0.2g 样品 + 1g Li BO_2，950℃加热 10～15 分钟，不适于所有的难溶硅酸盐，或锆矿石
硅酸盐（普通）：0.25g	Al、Ca、Fe、K、Mg、Na、Si、Ti	0.5mL 浓 HCl + 3mL HF（40%）+ 1mL 浓 HNO_3，15 小时；140℃；聚四氟乙烯内衬增压器，用原子吸收光谱法测定
硅酸盐（普通）：0.1g	Al、Fe、K、Na、Mg、Ti	3mL 浓 H_2SO_4 + 5mL HF（40%）（重复加）；水浴；铂皿；用原子吸收光谱法测定
硅酸盐（普通）：0.1g	Al、Ca、Fe、Mg、Na	3mL 浓 $HClO_4$ + 5mLHF（40%）（重复加）；水浴；铂皿；用原子吸收光谱测定
硅酸盐（普通）：0.25g	Ca、Co、Cr、Fe、K、MgNa 主要成分（Si，B，F 除外）	1.5g Li BO_2，铂坩埚，在 1000℃加热至熔体清晰，溶于 125mL 2.5mol/L HCl；用原子吸收光谱法测定
硅酸盐（普通）：		HF（40%）+ $HClO_4$（70%）
0.1～0.2g		0.5mL H_2O + 5mL HF + 1mL $HClO_4$；用 1 毫升高氯酸重复冒烟；用 2mL HCl（1+1）溶解
0.5g		1mL H_2O + 10mL HF + 2mL $HClO_4$；用 1 毫升高氯酸重复冒烟；用 5mL HCl（1+1）溶解
1.0g		1mL H_2O + 10mL HF + 2mL $HClO_4$；用 1 毫升高氯酸重复冒烟；用 10mL HCl（1+1）溶解
含二氧化硅低的矿物：1g	主要成分	1mL H_2O + 25mL HCl（1+1）温热

样品重量	待测元素	分解试剂
含三氧化二铬小于1%的	主要成分	30mL HCl（1+1）+0.5mL
硅酸镁：1~2g		H_2SO_4（1+1）
硅酸盐：1g	碱金属	1mL H_2O + 10mL HF（40%）+ 2mL $HClO_4$（70%），用 $HClO_4$ 重复冒烟
硅酸盐、玻璃；0.3g	B	1~2g NaOH；金或银皿，10分钟；150℃
硅酸盐：约0.2g	F	热水解；与1.5倍样品量的 U_3O_8 混合；950℃；维克玻璃仪器
杜南玻璃：1g	F	热水解；与1.5g U_3O_8 混合；950℃；维克玻璃仪器
硅酸盐：1~2g	Ti、Zn	1mL H_2O + 10mL HF（40%）+ 1mL H_2SO_4（1+1）；放置12小时，然后加热至冒烟，用5mL HF + 0.5mL H_2SO_4 重复冒烟；用2mL 浓 H_2SO_4 溶解残渣
硅酸盐：1g	Se	1mL H_2O + 10mL HF（40%）+ 10mL 浓 HNO_3，蒸发至干；加5mL HNO_3 再蒸发至干，用10mL H_2O 溶解残渣
硅酸盐：1g	P、si	5g NaOH;30分钟;450℃;金皿,残渣溶于75mL HCl(1+1)
铝硅酸盐（锂云母、长石、高岭土）：1g	主要成份（除Si，B，F外）	1mL H_2O + 10mL HF（40%）+ 1mL H_2SO_4（1+1）；放置30分钟~12小时，然后加热至冒昧 H_2SO_4 烟，加5mL HF和1mL H_2SO_4 再冒烟。在500℃加热5分钟，然后加7.5g Na_2CO_3 + 2.5g $Na_2B_4O_7$ 并在1000℃熔融
高岭土，碱金属小于1%而铝、钡高的硅酸盐：1g	主要成份	1mL H_2O + 10mL HF（40%）+ 1mL H_2SO_4（1+1）；放置30分钟~12小时，然后加热至冒烟，加5g $K_2S_2O_7$ 加热至350℃，再在550℃熔10分钟，残渣溶于10mL HCl（1+1）+ 110mL H_2O 2.5g Na_2CO_3 + 1.5g $Na_2B_4O_7$
铝硅酸盐（粘土、矿石、陶瓷等，Al_2O_3 小于45%）：1g	Si	2g Na_2CO_3
铝硅酸盐（Al_2O_3 小于45%）；1g		2.5g $NaKCO_3$ + 1g $Na_2B_4O_7$
铝硅酸盐（Al_2O_3 小于45%）；1g		在10mL HF（d=1.128）+ 1mL 约9mol/L H_2SO_4 混酸中放置30~60分钟，加热至冒硫酸烟，用10mL HF + 1mL H_2SO_4 蒸发至干，加热至600℃ 5分钟然后在950~1000℃用2.5g Na_2CO_3 + 1g $Na_2B_4O_7$ 熔融
富铝红柱石：1g	Al、Ca、Fe、Mg、Si、Ti	2g Na_2CO_3，60分钟，1100℃；铂坩埚
富铝红柱石：1g	Ca、Fe、Mg、K、Na	5mL HNO_3（1+1）+5mL $HClO_4$（1+4）+10mL HF；蒸发至干，再加5mL $HClO_4$（1+4）蒸发至干并重复；使用铝坩埚
钠—钙玻璃：1g	Si	2g Na_2CO_3 与样品混合，再覆盖1g Na_2CO_3；25—20分钟；1000℃铂坩埚
钠—钙玻璃：2.5g	Al、Ca、Fe、Mg、K、Na、Ti	3mL H_2O + 20mL HF（40%）+ 2mL H_2SO_4（1+1）加热至冒烟，再加5mL HF蒸发至干，于550℃加热残渣15~20分钟；于铂皿中，残渣溶于100mL HCl（1+1）

样品重量	待测元素	分解试剂
钠—钙玻璃：1g	K、Na	1mL H_2O + 10mL　HF（40%）+ 2mL $HClO_4$（70%）；加热至冒烟，再回 2mLHF 并加热至干；加 2～3 滴 $HClO_4$ 加热至冒烟；铂皿残渣溶于 50 毫升水
钠—钙玻璃：2.5g	S	6g Na_2CO_3 与样品混合，再覆盖 1.5g Na_2CO_3；10 分钟，1100℃；铂皿
试管玻璃：1g	Al、Ba、Ca、Fe、Ti、Mg	1mL H_2O + 10mL HF（40%）+ 1mL H_2SO_4（1 + 1）；铂皿
试管玻璃：1g	K、Na	1mL H_2O + 10mL HF（40%）+ 1mL $HClO_4$（70%）；铂皿
硼硅酸盐玻璃：1g	Al、Ba、Ca、Fe、Mg、Ti、Zn	1mL H_2O + 10mL HF（40%）+ 1mL H_2SO_4（1 + 1）；铂皿
硼硅酸盐玻璃：0.25g	B	4g　NaOH；30 分钟；400℃；金皿
乳白玻璃：1g	Ti、Zn、Al、Ba、Ca、Fe、Mg	1mL H_2O + 10mL　HF（40%）+ 1mL H_2SO_4（1 + 1）；铂皿
乳白玻璃：0.5g	Ca、K、Na、Mg、Zn	1mL H_2O + 10mL　HF（40%）+ 1mL H_2SO_4（1 + 1）；铂皿
乳白玻璃：1g	P	4g　NaOH；30 分钟；400℃；金皿
磷酸盐玻璃：1g	Al、P	1mL H_2O + 10mL　HF（40%）+ 1mLH_2SO_4（1 + 1）；加热至冒烟，加 5mL　HF + 1mL H_2SO_4 再加热至冒烟。用 10g Na_2CO_3 + 0.2g　$NaNO_3$ 熔融 10 分钟，用 120mL H_2O 提取，过滤，再用 3.5g Na_2CO_3 + 1.5g $Na_2B_4O_7$ 熔融残渣
萨普雷马克玻璃：1g	Al、Ba、Ca、Fe、Mg、Ti、Zn	1mL H_2O + 10mL　HF（40%）+ 1mL H_2SO_4（1 + 1）；加热至冒烟，加 5mL　HF + 1mL H_2SO_4 加热至冒烟。在 500℃加热 5 分钟，用 10g Na_2CO_3 + 0.2g $NaNO_3$ 熔融残渣
萨普雷马克玻璃：1g	K、Na	1mL H_2O + 10mL　HF（40%）+ 1mL $HClO_4$（70%）；铂皿
萨普雷马克玻璃：1g	Si	5g Na_2CO_3；铂坩埚
铅玻璃：0.5g	Pb	1mL H_2O + 10mL　HF（40%）+ 2mL $HClO_4$（70%）；铂皿；残渣溶于 HCl（1 + 1）
铅结晶玻璃：1g	Al、Ba、Ca、Fe、Pb、Ti	1mL H_2O + 10mL　HF（40%）+ 2mL $HClO_4$；加热至冒烟，加 1mL　$HClO_4$ 再加热至冒烟，铂皿；残渣溶于 10mL HCl（1 + 1）
制造安瓿的棕色玻璃：1g	Sb	几滴 H_2O + 10mL　HF（70%）+ 0.5 - 1mL $HClO_4$（70%）；铂皿
制造安瓿的棕色玻璃：0.3～0.5g	As	3～5g Na_2CO_3；铂坩埚
锡矿石，灰分，矿渣：2～5g	Sn、Sb、W	10～20g Na_2O_2 + 5～10g　NaOH，慢慢加热至暗红热；铁坩埚
锡矿石：5g	As	20mL HNO_3（1 + 1），煮沸；加 20mL H_2SO_4（1 + 1）加热至冒烟
纯锡：1g	As、Sb	15mL 沸 H_2SO_4；冒烟 15 分钟
锡合金：1g	Sn、Cd、Cu、Pb、Sb、Zn	25mL Br_2/HCl（150mL Br_2 + 1000mL 浓 HCl）缓缓加热
青铜：2g	Cu、Pb	25mL HNO_3（1 + 1），SnO_2·aq 留于残渣中
青铜：1～2g	Sn	5mL 浓 HCl + 20mL HNO_3（1 + 1）
青铜：1g	Sn	60mL　HCl（1 + 1）+ 7mL H_2O_2（30%）

样品重量	待测元素	分解试剂
铜/锡/铜合金：0.6－1g	Pb	5mL HBF_4（40%）+ 10mL HNO_3（1+1）
铅/锡合金（焊料）：0.3～1.5g	Sn	20mL 浓 H_2SO_4 + 5g $KHSO_4$
铜/铅/锡/锑合金（轴承合金）：0.3～2g	Sn	20mL 浓 H_2SO_4 + 5g $KHSO_4$
铜/铅/锡/锑合金：2g	Cu、Pb	20mL Br/HBr（20mL Br_2 + 180mL HBr）
铜/铅/锡/锑合金：5g	As	20mL 浓 H_2SO_4 + 15g $KHSO_4$
铜/铅/锡/锑合金：2g	Cu	20mL Br_2/HBr（20mL Br_2 + 180mL HBr）
天青石（$SrSO_4$）：1g	Al、Ba、Ca、Fe、Si、Sr	与2g Na_2CO_3 混合，再覆盖7～9g Na_2CO_2；在铂坩埚内烧结，然后在110℃加热45分钟，溶于50mL热 H_2O
钽，见铌		
碲：见硒		
二氧化钍：1g	Th	5～10mL $HClO_4$（70%）；加热冒烟；加1滴HF并温热
钛矿石：0.15～0.25	Ti	1.5～2.5g $K_2S_2O_7$；石英坩埚
钛矿石：1g	Al、Cr、Ti、V	7g NaOH + 3g；Na_2O_2；镍坩埚
二氧化钛精矿：0.2～0.3g	Ti	5g $Na_2CO_3/K_2CO_3/Na_2B_4O_7$（1+1+1）；铂坩埚；950℃
纯钛，海棉钛：1g	Cl、Fe、Mg	10mL H_2O + 5mL HF（40%）（滴加）
纯钛：0.5g	Al、Mg	40mL H_2SO_4（1+4）
纯钛：1g	Fe	50mL HCl（1+1）+6滴HF（40%）
纯钛：0.5g	Si	40mL H_2O + 50mL HF（150mL 40% HF + 350mLH_2O）
钛/铝合金：0.5g	Al	40mL H_2SO_4（1+4）
钛/铬合金：0.25～0.5g	Cr	50mL H_2SO_4（1+4）
钛/钒合金：0.5～1g	V	50—100mL H_2SO_4（1+4）
钛铁合金：1g	Al、Ti	30mL HCl（1+1）
钛铁合金：0.5g	Ti	40mL H_2SO_4（1+1）
钛铁合金（酸不溶）：0.5g	Ti	12g Na_2O_2 + 4g Na_2CO_3；氧化铝坩埚
钛铁合金：2.5g	Cr、V	100mL HCl（1+1）+ 90mL H_2SO_4/H_3PO_4［320mL H_2SO_4（1+1）+ 80mL H_3PO_4（d=1.7）加水至1000mL］
二氧化钛颜料：见无机颜料		
铊原料：2g	Ti	25mL HNO_3（1+1）+ 25mL H_2SO_4（1+1）
铊：5g	Ag、Bi、Cd、Cu、Fe、Hg、Zn	20mL HNO_3（1+1）
铊：5g	As	30mL 浓 H_2SO_4
铀矿石：0.5～4g	U	5mL 浓 HNO_3 + 30mL HF（40%）；加热至于，于加2～5mL 浓 H_2SO_4 并加热至冒烟
轴精矿：10g	U	少许 H_2O + 5mL HNO_3（1+1）

样品重量	待测元素	分解试剂
铀精矿：1g	B	10mL H_3PO_4（d = 1.7）
钒矿石：5g	V、Pb	40mL HNO_3（1 + 1）+ 20mL HCl（1 + 1），如果需要，加几滴 HF（40%）；加 80mL H_2SO_4（1 + 1）加热至冒烟
钒矿石，矿渣，残渣：2g	V	15g Na_2O_2 + 5g Na_2CO_3；铁坩埚
钒铁合金：0.25g	V	30mL 混合酸（600mL）HNO_3（1 + 1）+ 300mL 浓 H_2SO_4 + 30mLHCl（1 + 1）
钒铁合金：2g	Si	15g Na_2O_2；镍坩埚
钨矿石：2.5g	W、Mo	15g $NaKCO_3$；镍坩埚或铂皿
钨矿石：2g	W、Mo、As、Sn	20g $NaKCO_3$；镍坩埚
钨矿石：1.25g	Fe、Mn	25g Na_2O_2；氧化铝坩埚
钨矿石：1 ~ 2g	Ca	10g Na_2O_2 + 5g $NaKCO_3$；氧化铝坩埚
钨矿石：0.1 ~ 1g	CI、F	热水解；加 1g SiO_2 + 5g V_2O_5；1000 ~ 1300℃
钨矿石：2.5g	P	10GmL 王水
钨/锡矿：2.5g	Sn	25g Na_2O_2 铁坩埚
钨矿石：0.25g	U	0.5mL 浓 H_2SO_4 + 0.5mL $HClO_4$（d = 1.67）；加热至冒烟再用 3g $K_2S_2O_7$ 熔融；石英坩埚
钨：1g	W、Sn	空气中 700℃氧化，然后用 12g $NaKCO_3$；铂坩埚熔融
钨：1g	Ca、Fe、K、Mo、Na（微量）	5mL HF（d = 1.13）+ HNO_3（d = 1.40，滴加）；铂坩埚，水溶上；用原子吸收光谱法测定
钨粉：2g	Fe、Mo	2 - 3mL H_2O + 10mL H_2O_2（30%）（分几次加入）
H_2WO_4：2g	Fe、Mo	2 - 3mL H_2O + 10mL H_2O_2（30%）（分几次加入）；溶于 25m NaOH（30%/100mL）
WO_3：3g	Si	2.5g $NaCO_3$；再用 2.5g Na_2CO_3 覆盖；铂皿
WO_3：0.1 ~ 1g	B	20mL 浓 H_2SO_4 + 5g $(NH_2)_4SO_4$；石英烧杯；回流冷凝管
碳化钨：1g	Ca、Fe、K、Mo、Na	5mL HF（d = 1.13）+ 浓 HNO_3（滴加）；铂皿，水浴上
碳化钨：0.1 ~ 1g	B	20mL 浓 H_2SO_4 + 5g $(NH_4)_2SO_4$；石英烧杯；回流冷凝管
碳化钨 - 锡：0.2 ~ 0.3g	Ti	10g Na_2O_2；用 5g $K_2S_2O_7$ + 10 滴浓 H_2SO_4 熔融残渣；氧化铝坩埚
锌原料；飘尘：1.25g	Zn、Ba、Cd、Cu、Pb	少许 H_2O + 15mL 浓 HCl + 5mL 浓 HNO_3；蒸发至干；溶于 1mL HCl（1 + 1），加 10mL H_2SO_4（1 + 1）加热至冒烟
锌原料，飘尘：3g	F、Sn	10g Na_2O_2 + 10g NaOH；镍坩埚
锌原料，飘尘：1.25 ~ 5g	全硫	50 - 100mL 用 Br_2 饱和的 HCl；冷浸取 1 小时
锌原料：0.5 ~ 1g	硫化物	20mL H_2O + 80mL 酸性混和物（750mL 浓 HCl + 40g $SnCl_2 2H_2O$，加水至 1000mL）
锌原料，飘尘：5 ~ 10g	CI	100mL HNO_3（1 + 2）；2 小时冷却
锌氧粉：1g	Ca、Mg	20mL 浓 HCl + 少许 HNO_3

样品重量	待测元素	分解试剂
锌，锌合金：20g	Cd、Cu、Pb	30mL HNO_3（2+1）
纯锌：200g	Cd	650mL HCl；慢慢加入 100mL HNO_3
锌：1g	Cd、Pb	100mL HCl
粗锌：20g	Pb	150mL H_2O + 30mL H_2SO_4
锌：0.5g	Pb	20mL HNO_3（15+85）
锌合金：10g	Al、Mg	35mL 浓 HCl
锌，锌合金：2g	Fe、Sn	20mL 浓 HCl；用几滴 H_2O_2（30%）氧化
铜/镍/锌合金：2g	Zn	25mL HNO_3（1+1）
锌/铜/铝合金：1g	Al	20mL H_2SO_4（1+5）
锌/铜/铝合金：2.5g	Cu	20mL HNO_3（1+1）
铜/锌合金；见铜		
锌白，见无机颜料		
$ZrSiO_4$：0.1g	Zr	0.5g KHF_2；加热至熔体变为固体，然后加 5mL H_2SO_4（1+1），蒸发除去大部分硫酸；溶于 50mL HCl（1+1）
$ZrSiO_4$：0.5g	Zr	2.5g $NaCO_3$ + 1.5g $Na_2B_4O_7$；高温炉加热
锆合金：1g	Cr、Fe、Ni	15mL 浓 H_2SO_4，小心滴加 H_2O_2 至反应开始
锆/锡合金：3g	Sn	50mL H_2SO_4（1+1）；加热至冒烟
锆/锡合金：2~4g	Sn	50mL HCl + 2~ 3mL HF（分几次加）；锥形瓶
锆合金：1g	Mn	40mL H_2SO_4（1+1）+2mL HF（滴加）；铂皿
锆合金：1g	Cu、Si	15mL H_2O + 2mL HF；铂皿
锆铁合金：1g	Zr	20mL 浓 HNO_3；滴加 HF，铂皿
锆铁合金：1g	Zr	5mL 浓 H_2SO_4，慢慢滴加 20mL HF；加热至冒烟；铂皿
锆铁合金：0.5g	Si	4~5 $NaKCO_3$ 与样品混合，覆盖 1g $NaKCO_3$；慢慢加热烧结，然后加 5~6g Na_2O_2 并熔融；镍坩埚
硬质合金：		
1g	Co	5mL HF（d=1.13）+1mL HNO_3；铂皿
2.5g	Co、Mo、W	5~10mL HF（d=1.13）+ HNO_3（d=1.4，滴加）加至冒烟，然后用 15g $NaKCO_3$ 熔融残渣，铂皿
1g	Mo、W	10g Na_2O_2 + 5g Na_2CO_3；铁坩埚
1g	Co、Fe、Nb	40mL HNO_3（d=1.4）+5mL HF（40%）
	Ni、Ta、Ti	用 10mL 浓 H_2SO_4 加热至冒烟；铂皿
2g	Cr、V	40mL HNO_3（d=1.4）+5mL HF（40%）+20mL H_2SO_4（1+1）+50mL；铂皿
2g	Nb、Ta	10mL HF（d=1.13）+ HNO_3（d=1.4，滴加）；铂皿
0.5g	Zn	5g $K_2S_2O_7$；熔融后，加 10 滴浓 H_2SO_4 再熔融

样品重量	待测元素	分解试剂
无机颜料		
氧化铁颜料：2g	Fe、Al	50mL 浓 HCl + 2mL 浓 HNO_3
氧化铁颜料：1g	Cu、Mn	50mL　HCl（1 + 1）
氧化铁颜料：1g	Fe	100mL H_2SO_4（1 + 1）；CO_2 气氛
二氧化铁颜料：0.15g	Ti	15mL 酸性混合物［500g $(NH_4)_2SO_4$ + 750mL 浓 H_2SO_4］；凯氏烧瓶
三氧化钛颜料：1g	Sb、Si	30mL 上述的酸性混合物；凯氏烧瓶
二氧化钛颜料：0.1g	Al	1.5g $K_2S_2O_7$；石英坩埚
二氧化钛颜料：1g	微量金属	10mL HF（40%）
碳酸铅：0.5 ~ 1g	Pb	10mL HNO_3（约 4mol/L）
四氧化三铅（红丹）：0.5 ~ 1g	Pb	10mL HNO_3（约 4mol/L）
四氧化三铅（红丹）0.5 ~ 1g:	Pb	25mL　CH_3COONa（每升 600g 三水合醋酸纳）+ 20mL CH_3COOH（30%）+ 30mL 0.1N $Na_2S_2O_3$ 滴定剩余的硫代酸盐
四氧化三铅（红丹）：10g	不溶的残渣	20mL HNO_3（约 4mol/L）+ H_2O_2（3%，滴加）
锌白：1.25g	Zn	5mL　HCl（1 + 1）
锌白：10 ~ 50mL	Pb、Mn	20 – 100mL 浓 HCl
锌白：40g	Ca、Mg	50mL H_2SO_4（1 + 1）+ 125mL H_2O
锌白：50 ~ 100g	Cu、Cd	200 – 300mL H_2O + 150 – 250mL 浓 HNO_3
锌白：50g	Fe	300mL H_2O + 120mL HNO_3（d = 1.4）
锌白：20g	Cl	200mL H_2O + 50mL 浓 HNO_3
氧化铬颜料：0.5g	Cr	5 – 6g Na_2O_2；氧化铝坩埚
氧化铬颜料：5g	Si	20mL H_2SO_4（1 + 1）+ 25mL $HClO_4$（60%）；Cr 氧化
氧化铬颜料：5g	Cu、Mn	40mL $HClO_4$（60%）；Cr 氧化

附录 2　原子量表

元素名称	元素符号	原子序数	原　子　量	元素英文名称
锿	Es	99	(254)	Einsteinium
锌	Zn	30	65.38	Zinc
锕	Ac	89	(227)	Actinium
砹	At	85	(210)	Astatine
镅	Am	95	(243)	Americium
氩	Ar	18	39.94_8	Argon
铝	Al	13	26.98154	Aluminium
锑	Sb	51	121.7_5	Antimony
硫	S	16	32.06	Sulphur
镱	Yb	70	173.04	Ytterbium
钇	Y	39	88.9095	Yttrium
铱	Ir	77	192.2_2	Iridium
铟	In	49	114.82	Indium
铀	U	92	238.029	Uranium
铒	Er	68	167.2_6	Erbium
氯	Cl	17	35.453	Chlorine
锇	Os	76	190.2	Osmium
镉	Cd	48	112.40	Cadmium
钆	Gd	64	157.2_5	Gadolinium
钾	K	19	39.09_8	Potassium
镓	Ga	31	69.72	Gallium
锎	Cf	98	(251)	Californium
钙	Ca	20	40.08	Calcium
氙	Xe	54	131.30	Xenon
锔	Cm	96	(247)	Curium
金	Au	79	196.9665	Gold
银	Ag	47	107.868	Silver
氪	Kr	36	83.80	Krypton
铬	Cr	24	51.996	Chromium
硅	Si	14	28.08_6	Silicon
锗	Ge	32	72.5_9	Germanium
钴	Co	27	58.9332	Cobalt
钐	Sm	62	150.4	Samarium
氧	O	8	15.999_4	Oxygen
镝	Dy	66	162.5_0	Dysprosium
溴	Br	35	79.904	Bromine
锆	Zr	40	91.22	Zirconium
汞	Hg	80	200.5_9	Mercury
氢	H	1	1.0079	Hydrogen
钪	Sc	21	44.9559	Scandium
锡	Sn	50	118.6_9	Tin
锶	Sr	38	87.62	Strontium
铯	Cs	55	132.9054	Cesium
铈	Ce	58	140.12	Cerium
硒	Se	34	78.9_6	Selenium

元素名称	元素符号	原子序数	原　子　量	元素英文名称
铊	Tl	81	204.3_7	Thallium
钨	W	74	183.8^5	Wolfram
碳	C	6	12.011	Carbon
钽	Ta	73	180.947_9	Tantalum
钛	Ti	22	47.9_0	Titanium
氮	N	7	14.0067	Nitrogen
铥	Tm	69	168.9342	Thulium
锝	Tc	43	(97)	Technetium
铁	Fe	26	55.84_7	Iron
铽	Tb	65	158.9254	Terbium
碲	Te	52	127.6_0	Tellurium
铜	Cu	29	63.54_6	Copper
钍	Th	90	232.0381	Thorium
钠	Na	11	22.98977	Sodium
铅	Pb	82	207.2	Lead
铌	Nb	41	92.9064	Niobium
镍	Ni	28	58.70	Kickel
钕	Nd	60	144.2_4	Neodymium
氖	Ne	10	20.17_9	Neon
镎	Np	93	237.0482	Neptunium
锘	No	102	(255)	Nobelium
锫	Bk	97	(247)	Berkelium
铂	Pt	78	195.0_9	Platinum
钒	V	23	50.941_4	Vanadium
铪	Hf	72	178.4_9	Hafnium
钯	Pd	46	106.4	Palladium
钡	Ba	56	137.3_4	Barium
铋	Bi	83	208.9804	Bismuth
砷	As	33	74.9216	Arsenic
镄	Fm	100	(257)	Fermium
氟	F	9	18.99840	Fluorine
镨	Pr	59	140.9077	Praseodymium
钫	Fr	87	(223)	Francium
钚	Pu	94	(244)	Plutonium
镤	Pa	91	231.0359	Protactinium
钷	Pm	61	(145)	Promethium
氦	He	2	4.00260	Helium
铍	Be	4	9.01218	Beryllium
硼	B	5	10.81	Boron
钬	Ho	67	164.9304	Holmium
钋	Po	84	(209)	Polonium
镁	Mg	12	24.305	Magoesium
锰	Mn	25	54.9380	Manganese
钔	Md	101	(258)	Mendelevium
钼	Mo	42	95.9_4	Molybdenum
铕	Eu	63	151.96	Europium

元素名称	元素符号	原子序数	原　子　量	元素英文名称
碘	I	53	126.9045	Iodine
镭	Ra	88	226.0254	Radium
氡	Rn	86	(222)	Radon
镧	La	57	138.905_5	Lanthanum
锂	Li	3	6.94_1	Lithium
磷	P	15	30.97376	Phosphorus
镥	Lu	71	174.97	Lutetium
钌	Ru	44	101.0_7	Ruthenium
铷	Rb	37	85.467_8	Rubidium
铼	Re	75	186.207	Rhenium
铑	Rh	45	102.9055	Rhodium
铹	Lr	103	(260)	Lawrencium

注：①原子量栏中（　　）表示锕系元素、放射性元素等的原子量

②本表摘自赵世荣、李述信、李玉珍译。钢铁及原材料的原子吸收光谱分析，附录－2，北京：科学技术文献出版社，1978。

附录 3　单位换算系数表

由	换算成	倍数	由	换算成	倍数
mg%	μg%	1000	wt%	g/L	10ρ
	mEq/L	(10/eq.wt.)		oz/gal	1.335ρ
	μg/mL	10		fine	10
μg%	mg%	0.001		ppm	10，000
	mEq/L	(0.01/eq.wt.)		μg/mL	10.000ρ
	μg/mL	0.01			
mEq/L	mg%	0.1 × eq.wt.	ppm	g/L	0.001ρ
	μg%	100 × eq.wt.		oz/gal	0.0001335ρ
	μg/mL	eq.wt.		fine	0.001
g/L	oz/gal	0.1335		μg/mL	ρ
	mg/L	1000		wt%	0.0001
	μg/mL	1000			
	wt%	0.1			
oz/gal	g/L	7.491			
	μg/mL	7491	μg/mL	mg%	0.1
	wt%	(0.7491/ρ)		μg%	100
oz/ton	ppm	30.61		mEq/L	(1/eq.wt.)
	wt%	0.003061		g/1	0.001
	fine	0.03061		ppm	(1/ρ)
				wt%	(1/10，000ρ)
fine	wt%	0.1		oz/gal	0.0001335
	ppm	1000		fine	(1000/ρ)

注：①当量 = 原子量/化合价，ρ = 溶液的比重或密度。

②本表摘自：李玉珍、邓宏筠．原吸收分析应用手册．北京：科学技术出版社，1990。

附录 4　标准储备溶液的配制

mg/mL

元素	基　准　物	标准储备溶液配制方法
Ag	$AgNO_3$	将 1.575g 在 110℃干燥过的 $AgNO_3$ 溶解于 HNO_3（0.1mol/L）中，用 HNO_3（0.1mol/L）稀释至 1L。贮于棕色瓶中。
	Ag	将金属 Ag　1.000g 用 10mL　HNO_3 溶解，稀释至 1L。贮于棕色瓶中。
Al	Al	将 1.000g 高纯金属 Al 加热溶解于 100mL　HCl（1 + 1）中，冷却后，用水稀释至 1L。HCl 浓度为 1M。
	$KAl(SO_4)_2 \cdot 12H_2O$	称取 $KAl(SO_4)_2 \cdot 12H_2O$ 17.583g，溶于少量水后，移入 1L 容量瓶中，用水稀释至刻度。
As	As_2O_3	将 1.3203g As_2O_3 用 8mol/L　HCl 3mL 溶解，用水稀释至 1L。 将 1.3203g As_2O_3 溶解于 2g NaOH 和 20mL 水中，用 HCl 中和后再用水稀释至 1L。
Au	Au	将 0.1000g 金用 10mL 王水加热溶解后蒸发至干。加 10mL HCl（1 + 1）溶解残渣，转移至 100mL 容量瓶中，用水稀释至刻度。
B	H_3BO_3	称取 H_3BO_3 5.720g 溶于水中，并稀释至 1L。
Ba	$BaCl_2 \cdot 2H_2O$	称取 1.7787g $BaCl_2 \cdot 2H_2O$ 溶于水中，用水稀释至 1L。 称取 1.5163g 无水 $BaCl_2$，以少量水溶解后，用水稀释至 1L。
	$BaCO_3$	将 1.4367g $BaCO_3$ 溶解于 HCl 中，加热煮沸，驱尽 CO_2，冷却后转移至 1L 容量瓶中，用水稀释至刻度。HCl 浓度为 1mol/L。
Be	Be	将 0.1000g 高纯金属 Be 加热溶解于 HCl（1 + 1）中，冷却后用水稀释至 100mL。盐酸浓度为 1mol/L。
		称取金属 Be1.000g 溶于 2mol/L　HCl 中，用水稀释至 1L。
	$BeSO_4 \cdot 4H_2O$	称取 $BeSO_4 \cdot 4H_2O$ 19.655g 溶于水中，加入 5mL HCl（或 HNO_3），稀释至 1L。
Bi	Bi	将 1.000g 高纯金属 Bi 溶解于 HNO_3（1 + 1）中，用水稀释至 1L，HNO_3 的浓度约为 0.1mol/L。
Br	KBr	称取 KBr 1.489g（或者 NaBr 1.288g）溶于水中，并稀释至 1L。
Ca	$CaCO_3$	称取 2.4973g 在 110℃干燥过的 $CaCO_3$ 溶解于 HCl 中，赶走 CO_2 之后，用水稀释至 1L。HCl 浓度约为 1mol/L。
Cd	Cd	将 1.000g 高纯金属 Cd 溶解于少量 HNO_3 中，在水浴上蒸干，加入 5mL HCl，再蒸干。加入 HCl 和水溶解，用水稀释至 1L。HCl 浓度约为 1mol/L。 将 1.000g 高纯金属 Cd 溶解于少量 HCl（1 + 1）中，用 1%（V/V）HCl 准确稀释至 1L。
	$CdSO_4$	称取 2.282g $CdSO_4 \cdot 8H_2O$ 溶于水中，稀释至 1L。
Cl	NaCl	将 1.648g NaCl 溶于水中，稀释至 1L。
Co	Co	将 1.000g 高纯金属 Co 溶解于少量 HCl（1 + 1）中，用 1%（V/V）HCl 稀释至 1L。
Cr	Cr	将 1.000g 高纯金属 Cr 溶解于 10mL HCl 中，用水稀释至 1L。
	$K_2Cr_2O_7$	将 2.833g 在 150℃干燥过的 $K_2Cr_2O_7$ 溶于水中，用水稀释至 1L。
Cs	CsCl	将 0.1267g CsCl 溶解于水中，用水稀释至 100mL。
Ce	$(NH_4)_4Ce(SO_4)_4 \cdot 2H_2O$	称取 4.515g $(NH_4)_4Ce(SO_4)_4 \cdot 2H_2O$，用含 30mL H_2SO_4 的 500mL 水溶解，冷却后稀释至 1L。最好用 As_2O_3 标定。

元素	基　准　物	标准储备溶液配制方法
Cu	Cu	将 1.000g 金属 Cu 用 10mL HCl 和 5mL 水溶解，完全溶解后滴加 HNO_3（或者 30% 的 H_2O_2），煮沸驱除氮的氧化物和氯根，冷却后稀释至 1L。
	$CuSO_4 \cdot 5H_2O$	将 3.929g$CuSO_4 \cdot 5H_2O$ 用水溶解，稀释至 1L。
Dy	Dy_2O_3	称取 $Dy_2O_3$1.1477g，用 2mol/L　HCl 溶解，稀释至 1L。
Er	Er_2O_3	称取 1.1436g Er_2O_3 用 2mol/L　HCl 溶解，稀释至 1L。
F	NaF	NaF2.210g 用水溶解，稀释至 1L。
Fe	Fe	将 1.000g 高纯金属 Fe 溶解于 30mL　HCl 中，加数毫升 HNO_3 氧化后，用水稀释至 1L。HCl 浓度约为 0.1mol/L。或者用 5mol/L HCl 20mL 溶解，用水稀释至 1L。
Gd	Gd_2O_3	将 1.152g Gd_2O_3 用 2mol/L HCl 50mL 溶解，用水稀释至 1L。
Ge	Ge_2O_3	将 1.4408g Ge_2O_3 用 100mL 水和 50g 草酸溶解，稀释至 1L。
Hf	Hf	将 1.000g 金属 Hf 置于白金皿中，用 9mol/L　H_2SO_4 溶解完全后，缓慢滴入 HF，用 10% H_2SO_4 稀释至 1L。
Hg	Hg	将金属 Hg1.000g 用 5mol/L　HNO_3 10mL 溶解，稀释至 1L。
	$HgCl_2$	将 1.354g $HgCl_2$ 溶于水中，用水稀释至 1L。
Ho	Ho_2O_3	将 1.1455g Ho_2O_3 用 2mol/L HCl50mL 溶解，用水稀释至 1L。
I	KI	将 1.308g KI 溶于水中，用水稀释至 1L。
	NH_4I	将 1.142g NH_4I 溶解于水中，稀释至 1L。
In	In	将 0.1000g 高纯金属 In 溶解于 5mol/L HNO_3 中，煮沸，赶走氮的氧化物后，用水稀释至 100mL。
		亦可将 1.000g 金属 In 溶于 50mL 2mol/L HCl 中。稀释至 1L。
Ir	Ir	将 1.000g 金属 Ir（海绵状）放入玻璃管中，加入 HCl 20mL 和 1mL $HClO_4$ 密封，在 300℃烘箱中放置 24h，冷却后将管打开，把溶液转移至容量瓶中，稀释至 1L。
	Na_3IrCl_6	将 2.465g Na_3IrCl_6 用水溶解，并稀释至 1L。
K	KCl	将 1.9067g KCl（或者 KNO_3 2.8415g）用水溶解，并稀释至 1L。
La	La_2O_3	将 1.717g 经 110℃干燥过的 La_2O_3 用 50mL 5mol/L HCl 溶解，并用水稀释至 1L。
Li	LiCl	将 0.6110g LiCl 溶解于水中，并用水稀释至 100mL。
	Li_2CO_3	将 5.3228g Li_2CO_3 在 300mL 水中调呈浆状，加入 HCl 15mL，搅拌赶出 CO_2 后，稀释至 1L。
Lu	$LuCl_3$	将 1.6079g $LuCl_3$ 溶于水中，并用水稀释至 1L。
	Lu_2O_3	将 1.137g Lu_2O_3 溶于尽量少的 HCl 中，以 1%（V/V）的 HCl 稀释至 1L。
Mg	Mg	将 1.000g 高纯 Mg 溶解于少量 HCl（6mol/L）中，用水稀释至 1L。
Mn	Mn	将 1.000g 高纯金属 Mn 溶解于少量 HNO_3 中，在水浴上蒸干后，加入 5mL HCl，再蒸干。加数滴 HCl 和水溶解，并用水稀释至 1L。
Mg	MgO	称取 0.1659g MgO（燃烧后 700°2h）加少量 HCl（1 + 1）溶解 MgO 稀释至 100mL 容量瓶中加 HCl（1 + 1）5mL 用水稀至到底。
	$MnSO_4$	将在 105℃干燥 4h 的 $MnSO_4 \cdot H_2O$　3.0764g，用水溶解并稀释至 1L。
	MnO_2	将 1.5824g MnO_2 用 10mL HCl 溶解，徐徐蒸发至干后，用水溶解并稀释至 1L。

元素	基 准 物	标准储备溶液配制方法
Mo	MoO_3	将 1.5003g MoO_3 用 2mol/L 氨水 100mL 溶解，用水稀释至 1L。
	$(NH_4)_2MoO_4$	将 2.0425g $(NH_4)_2MoO_4$ 用水溶解，并稀释至 1L。
	$[(NH_4)_8Mo_7O_{24}\cdot 4H_2O]$	将 1.840g $[(NH_4)_8Mo_7O_{24}\cdot 4H_2O]$ 于 1L 1%（V/V）NH_4OH 中。
Na	NaCl	将 2.5421g NaCl 溶于水中，并用水稀释至 1L。
Nb	Nb	将 0.1000g 高纯金属 Nb 溶解于加有数滴 HNO_3 的 HF 中，蒸干后溶解于 10mL HF（40%）中，用水稀释至 100mL。 将 1.000g 金属 Nb，（或者 $Nb_2O_5$1.4035g）置于白金皿中，加入 HF 20mL，缓缓加热至完全溶解。冷却后加入 40mL H_2SO_4，蒸发至冒 SO_3 白烟。冷却后用 3m H_2SO_4 稀释至 1L。
Nd	$NdCl_3$	将 $NdCl_3$ 1.7373g 用 100mL 1mol/L HCl 溶解，用水稀释至 1L。
	Nd_2O_3	将 1.167g Nd_2O_3 溶于尽量少的 HCl 中，以 1%（V/V）HCl 稀释至 1L。
Ni	Ni	将 1.000g 高纯金属 Ni 用 10mL 热 HNO_3 溶解，冷却后用水稀释至 1L。
Os	OsO_4	将 1.3660g OsO_4 用水溶解，稀释至 1L。
P	$(NH_4)_2HPO_4$	将 4.260g $(NH_4)_2HPO_4$ 溶于水中，并用水稀释至 1L。
Pb	Pb	将 1.000g 高纯金属 Pb 用 10mL HNO_3 溶解，用水稀释至 1L。
	$Pb(NO_3)_2$	将 1.5985g $Pb(NO_3)_2$ 用含有 10mL HNO_3 溶解，并用水稀释至 1L。
Pd	Pd	将 0.1000g 高纯金属 Pd 溶解于王水中，在水浴上蒸干后，加入 HCl，再蒸干。加 HCl 和水溶解，并用水稀释至 100mL。HCl 浓度约为 1mol/L。亦可用 10mL HNO_3 加热滴加 HCl 溶解，冷却后稀释至 100mL。
Pr	Pr_2O_3	将 1.1703g Pr_2O_3 用 50mL 2mol/L 的 HCl 溶解，并用水稀释至 1L。
Pt	Pt	将 1.000g Pt 用 40mL 热王水溶解，加热蒸发至近干，加入 10mL HCl，再继续加热蒸发至近化，冷却后，用 10mL HCl 溶解，用水稀释至 1L。
Rb	RbCl	将 1.4148g RbCl 用水溶解，并稀释至 1L。
Re	Re	将 1.000g 金属 Re 用 8mol/L HNO_3 10mL 在冰浴上溶解，用水稀释至 1L。
Rh	Rh	将 1.000g 金属 Rh 用密封试管的方法溶解（参看 Er 的溶解方法），并稀释至 1L。
Ru	RuO_2	将 1.317g RuO_2 用 15mL HCl 溶解，用水稀释至 1L。
S	$(NH_4)_2SO_4$	将 4.122g $(NH_4)_2SO_4$ 用水溶解并稀释至 1L。
Sb	Sb	将 1.000g 金属锑用 10mL HNO_3 和 5mL HCl 溶解，并用水稀释至 1L。
	$K[Sb(C_4H_2O_5)(OH)_2]\cdot\frac{1}{2}H_2O$	将 1.3721g 干燥的 $K[Sb(C_4H_2O_5)(OH)_2]\cdot\frac{1}{2}H_2O$ 溶解于水中，并用水稀释至 500mL。
Sc	Sc_2O_2	将 1.5338g Sc_2O_2 用 50mL 2mol/L HCl 溶解，用水稀释至 1L。
Se	SeO_2	将 1.405g 升华精制的 SeO_2 溶解于水中，并用水稀释至 1L。
	Se	将 1.000g 金属 Se 用 5mL HNO_3 溶解，并用水稀释至 1L。
Si	SiO_2	将 0.2140g 无水 SiO_2 置于白金坩埚中，用 2g Na_2CO_3 熔融，用水溶解后，稀释至 100mL。
Sm	Sm_2O_3	将 1.1596g Sm_2O_3 用 50mL 2mol/L HCl 溶解，用水稀释至 1L。
Sn	Sn	将 1.000g 金属 Sn 用 15mL 温 HCl 溶解，并用水稀释至 1L。或用适量 HCl 溶解（6mol/L），再用 6M HCl 稀释至 1L。

元素	基　准　物	标准储备溶液配制方法
Sr	$SrCO_3$	将 1.6849g $SrCO_3$ 用 300mL 水调制成浆状，注意，加入 10mL HCl，搅拌，赶走 CO_2，用水稀释至 1L。
Ta	Ta	将 0.1000g 高纯金属 Ta 溶解于有数滴 HNO_3 的 HF 中，蒸干后溶解于 10mL HF（40%）中，用水稀释至 100mL。 将金属 Ta 1.000g（或 $Ta_2O_5$1.2210g）置于白金皿中，加 20mL HF 缓慢加热到溶解完全。冷却后加入 40mL H_2SO_4，加热到冒 SO_2 白烟，冷却后用 5% H_2SO_4 稀释至 1L。
Tb	$TbCl_2$	将 1.6692g $TbCl_2$ 溶于水中，加入 1mL　HCl 用水稀释至 1L。
Te	Te	将 1.000g 金属 Te 溶解于王水中、蒸干后，加入 5mL HCl，再蒸干。加 HCl 和水溶解，用水准确地稀释至 1L。HCl 浓度约为 6mol/L。
	TeO_2	将 1.2508g TeO_2 用 10mL　HCl 溶解，用水稀释至 1L。
Th	Th $(NO_3)_4 \cdot 4H_2O$	将 2.3794g Th $(NO_3)_4 \cdot 4H_2O$ 用水溶解，加入 5mL HNO_3 并用水稀释至 1L。
Ti	Ti	将 1.000g 金属 Ti 溶解于 HF 中，蒸干后溶解于 10mL HF（40%）中，用水稀释至 10mL。 将 1.000g 金属 Ti 用 10mL H_2SO_4 和滴加 HNO_3 溶解，用 5% 的 H_2SO_4 稀释至 1L。
Tl	$TlNO_3$	将 1.3034g $TlNO_3$ 用水溶解，并稀释至 1L。
Tm	Tm_2O_3	将 1.142g Tm_2O_3 用 50mL 2mol/L HCl 溶解，用水稀释至 1L。
U	UO_3 $(NO_3)_2 \cdot 6H_2O$	将 2.1095g UO_3 $(NO_3)_2 \cdot 6H_2O$〔或者 1.7734g $(CH_3CO_2)_2UO_2 \cdot 2H_2O$〕用水溶解，并稀释至 1L。
V	NH_4VO_3	将 2.2963g NH_4VO_3 溶解于 100mLH_2SO_4（4.5mol/L）中，用水稀释至 1L。或者用 100mL 水和 10mL HNO_3 溶解，并用水稀释至 1L。
W	$Na_2WO_4 \cdot 2H_2O$	将 1.7941g $Na_2WO_4 \cdot 2H_2O$ 用水溶解，并稀释至 1L。
Y	Y_2O_3	将 1.2692g Y_2O_3 用 50mL 2mol/L HCl 溶解，用水稀释至 1L。
Yb	$YbCl_3$	将 1.6147g $YbCl_3$ 溶于水中，并用水稀释至 1L。
Zn	Zn	将 1.000g 金属 Zn 溶解于稍过量的 HCl 中，用水稀释至 1L。HCl 浓度约为 0.1mol/L。
Zr	Zr	将 0.1000g 金属 Zr 溶解于 HF 中，蒸干后，溶解于 10mL HF（40%）中，用水稀释至 100mL。
	$ZrOCl_2$	将 3.531g　$ZrOCl_2 \cdot 8H_2O$ 溶解于 HCl（4mol/L）中，用 HCl（4mol/L）稀释至 1L。

注：①表中各元素的标准储备液的浓度均为 1mg/mL。基准物均为高纯级，稀释用水皆为去离子水，并需准确稀释。
②本表摘自：李玉珍、邓宏筠编著《原吸收分析应用手册》一书表 20，1990 年，北京科学技术出版社。

附录 5　金属氧化物标准储备溶液的配制

（1）K 标准储备溶液的配制

准确称取在 110℃经 2h 烘干的 KCl（光谱纯）1.5830g 于 300mL 烧杯中，和水溶解后移入 1L 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。此溶液浓度为 1mg/mL K_2O。

（2）Na 标准储备溶液的配制

准确称取在 110℃经 2h 烘干的 NaCl（光谱纯）1.8857g 于 300mL 烧杯中，用水溶解后移入 1L 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。此溶液浓度为 1mg/mL NaO_2。

（3）Li 标准储备溶液的配制

准确称取在 110℃经 2h 烘干的 $LiCO_3$（优级纯）2.4728g 于 300mL 烧杯中，加约 30mL HCl（1 + 1），加热除去 CO_2，冷却，移入 1L 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。此溶液浓度为 1mg/mL Li_2O。

（4）Rb 标准储备溶液的配制

准确称取经 110℃经 2h 烘干的 RbCl（优级纯）1.2940g 于 300mL 烧杯中，用水溶解后移入 1L 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。此溶液浓度为 1mg/mL Rb_2O。

（5）Cs 标准储备溶液的配制

准确称取经 110℃烘干 2h 的 CsCl（优级纯）1.1948g 于 300mL 烧杯中。用水溶解后移入 1L 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。此溶液浓度为 1mg/mL Cs_2O。

（6）Mg 标准储备溶液的配制

准确称取经 950℃灼烧过的 MgO（优级纯）1.000g 于 300mL 烧杯中，盖上表面皿，逐滴加入约 20mL HCl（1 + 1），加热溶解后，冷却，移入 1L 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。此溶液浓度为 1mg/mL MgO。

（7）Ca 标准储备溶液的配制

准确称取经 110℃烘干 2h 的 $CaCO_3$（优级纯）1.7848g 于 300mL 烧杯中，加少量水润湿后盖上表面皿。滴加 HCl（1 + 1）使其溶解并过量少许，加热煮沸除去 CO_2，冷却，移入 1L 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。此溶液浓度为 1mg/mL CaO。

（8）Sr 标准储备溶液的配制

准确称取经 110℃烘干 2h 的 $SrCl_2$（光谱纯）1.5299g 于 300mL 烧杯中，用水溶解后移入 1L 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。此溶液浓度为 1mg/mL SrO。

（9）Ba 标准储备溶液的配制

准确称取经 110℃烘干 2h 的 $BaCO_3$（光谱纯）2.6738g 于 300mL 烧杯中，加少量水润湿后盖上表面皿，滴加 HCl（1 + 1）使其溶解并过量少许，加热煮沸以除去 CO_2，冷却，移入 1L 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。此溶液浓度为 1mg/mL BaO。

（10）Mn 标准储备溶液的配制

准确称取经 100℃烘干 2h 的 Mn_3O_4（光谱纯）0.8773g 于 300mL 烧杯中，加约 20mL 水和约 25mL HCl 与 HNO_3 的混合液（1 + 1）。加热溶解后，蒸发至近干。加约 40mL 水和约 10mL HCl 使残渣溶解。冷却，移入 1L 容量瓶中。用水稀释至刻度。摇匀。此溶液浓度为 1mg/mL MnO_2。

也可以准确称取金属 Mn（光谱纯）0.6319g 于 300mL 烧杯中，加少量 HNO_3 溶解后于水浴上蒸干，再加 5mL HCl，蒸干，加数滴 HCl 和水溶解残渣后，移入 1L 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀，此溶液浓度为 1mg/mL MnO_2。

（11）Zn 标准储备溶液的配制

准确称取经 110℃烘干 2h 的 ZnO（光谱纯）1.000g 于 300mL 烧杯中，加 20mL 水和 15mL HCl，加热溶解，冷却，移入 1L 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。此溶液浓度为 1mg/mL ZnO。

（12）Cr 标准储备溶液的配制

准确称取金属 Cr（光谱纯）0.6842g 于 300mL 烧杯中，加 40mL HCl（1 + 1）加热溶解，蒸发近干，再加 10mL HCl，溶解后移入 1L 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。此溶液浓度为 1mg/mL Cr_2O_3。

（13）Cu 标准储备溶液的配制

准确称取经 110℃烘干 2h 的 CuO（光谱纯）1.0000g 于 300mL 烧杯中，加 100mL 水，30mL HCl（1 + 1）和 5mL（HNO_3），加热溶解后，冷却，移入 1L 容量瓶中，用水稀释至旋度，摇匀，此溶液浓度为 1mg/mL CuO。

（14）Pb 标准储备溶液的配制

准确称取经 110℃烘干 2h 的 PbO（光谱纯）1.0000g 于 300mL 烧杯中。加 40mL HNO_3（1 + 1），加热溶解，冷却，移入 1L 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。此溶液浓度为 1mg/mL PbO。

（15）Fe 标准储备溶液的配制

准确称取经 110℃烘干 2h 的 Fe_2O_3（光谱纯）1.0000g 于 300mL 烧杯中，加 100mL 水，30mL　HCl（1 + 1）和 5mL HNO_3，加热溶解，冷却，移入 1L 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。此溶液浓度为 1mg/mL Fe_3O_3。

（16）Co 标准储备溶液的配制

准确称取经 110℃烘干 2h 的 Co_6O_4（光谱纯）1.0712g 于 300mL 烧杯中，加 20mL 和 25mL HCl，加热溶解。如溶解缓慢又蒸发近干，可适量补加 HCl。完全溶解后再将溶液蒸发近干，加 10mL　HCl 和适量的水，加热溶解，冷却，移入 1L 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。此溶液浓度为 1mg/mL CoO。

（17）Ni 标准储备溶液的配制

准确称取经 110℃烘干 2h 的 NiO（光谱纯）1.0000g 于 300mL 烧杯中，加 100mL 水，30mL HCl（1 + 1）和 5mL HNO_3，加热溶解，冷却，移入 1L 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。此溶液浓度为 1mg/mL NiO。

也可准确称取金属 Ni（光谱纯）0.7858g 于 300mL 烧杯中，加少量 HNO_3 溶解后，水浴蒸干，加 5mL HCl，再蒸干，加 10mL　HCl 和适量的水使残渣完全溶解，冷却，移入 1L 容量瓶中，用水释释至刻度，摇匀。此溶液浓度为 1mg/mL NiO。

（18）Sb 标准储备溶液的配制

准确称取金属 Sb（光谱纯）0.8353g 于 300mL 烧杯中，加 10mL HCl 和 5mL HNO_3，加热溶解，冷却，移入 1L 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。此溶液浓度为 1mg/mL Sb_2O_3。

（19）Sn 标准储备溶液的配制

准确称取金属 Sb（光谱纯）0.7877 于 300mL 烧杯中，加 20mL HCl（1 + 1），水浴上加热溶解，冷却，移入 1L 容量瓶中，再加 20mL HCl，用水稀释至刻度，摇匀。此溶液浓度为 1mg/mL SnO_3。

（20）Bi 标准储备溶液的配制

准确称取金属 Bi（光谱纯）0.8970g 于 300mL 烧杯中，加 40mL HNO_3（1 + 1）完全溶解后，移入 1L 容量瓶中，用稀 HNO_3（2%）稀释至刻度，摇匀。此溶液浓度为 1mg/mL Bi_2O_3。

（21）Cd 标准储备溶液的配制

准确称取金属 Cd（光谱纯）0.8754g 于 300mL 烧杯中，加 40mL HCl（1 + 1），完全溶解后移入 1L 容瓶中，用稀 HCl（1%）稀释至旋度，摇匀。此溶液浓度为 1mg/mL CdO。

（22）V 标准储备溶液的配制

准确称取金属 V（光谱纯）0.5602g 于 300mL 烧杯中，加 20mL　HNO_3（1 + 1），完全溶解后移入 1L 容量瓶中，用稀 HNO_3（1%）稀释至刻度，摇匀。此溶液浓度为 1mg/mL V_2O_5。

（23）Mo 标准储备溶液的配制

准确称取 $(NH_4)_6Mo_7O_{24}\cdot 4H_2O$（优级纯）1.2266g 于 300mL 烧杯中，加 NH_4OH 溶液（1%）使其完全溶解，移入 1L 容量瓶中，用 NH_4OH 溶液（1%）稀释至刻度，摇匀。此溶液浓度为 1mg/mL MoO_3。

（24）Au 标准储备溶液的配制

准确称取金属 Au（光谱纯）1.0000g 于 300mL 烧杯中，加 40mL 王水，在低温电炉上蒸发至近干，加 3 ~ 4mL HCl。再蒸干后加 5mL HCl，冷却移入 1L 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀，储存于棕色玻璃瓶中。此溶液浓度为 1mg/mL Au。

（25）Ag 标准储存溶液的配制

准确称取金属 Ag（光谱纯）1.0000g 于 300mL 烧杯中，加 10mL HNO_3，加热溶解后移入 1L 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。此溶液浓度为 1mg/mL Ag。

也可以准确称取经110℃烘干2h的$AgNO_3$（光谱纯）1.5748g，加50mL水，溶解后移入1L容量瓶中，用稀HNO_2（1%）稀释至刻度，摇匀。溶液浓度为1mg/mL Ag。

本溶液应储存于深棕色玻璃瓶中。

（26）Al标准储备溶液的配制

准确称取Al屑（纯度>99.999%）0.5293g于300mL烧杯中，加25mL HCl和几滴HNO_3，溶解完全后移入1L容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。此溶液浓度为1mg/mL Al_2O_3。

（27）Ti标准储备溶液的配制

准确称取金属Ti（光谱纯）0.4594g于300mL烧杯中，加50mL　HCl，加热至完全溶解，冷却，移入1L容量瓶中，用10%稀HCl稀释至刻度，摇匀。此溶液浓度为1mg/mL TiO_2。

（28）Zr标准储备溶液的配制

准确称取金属Zr（光谱纯）0.7403g于铂皿中，用少量水润湿后，滴加10~15mL HF（40%），加热溶解，冷却，移入1L容量瓶中，用2% HF稀释至刻度，摇匀，储存于塑料瓶中。此溶液浓度为1mg/mL ZrO_2。

（29）Si标准储备溶液的配制

准确称取经100℃灼烧1h的SiO_2（光谱纯）1.0000g于铂坩埚中，加5g无水$NaCO_3$，熔融后热水浸取，加热至溶液澄清，冷却，移入1L容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀，储存于塑料瓶中。此溶液浓度为1mg/mL SiO_2。

也可以准确称取经110℃烘干2h的$Na_2SiO_3 \cdot 9H_2O$（优级纯）10.112g于300mL烧杯中，用水溶解后加HCl调节溶液pH约为5，移入1L容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀，储存于塑料瓶中，此溶液浓度亦为1mg/mL SiO_2。

（30）B标准储备溶液的配制

准确称取经110℃烘干2h的H_3BO_3（优级纯）8.8815g于300mL烧杯中，用水溶解，移入1L容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀，储存于塑料瓶中。此溶液的浓度为5mg/mL B_2O_3。

注：①本表摘自：李玉珍，邓宏筠．原吸收分应用手册，表21．北京：科学技术出版社，1990。

附录 6　非水标准储备溶液的配制①

元素	基　准　试　剂
Ag	环己烷丁酸银，2-乙基己酸银
Al	环己烷丁酸铝，2-乙基己酸铝
B	硼酸甲酯
Ba	环己烷丁酸钡
Be	硫酸铍
Ca	环己烷丁酸钙，2-乙基己酸钙
Cd	环己烷丁酸镉
Co	环己烷丁酸钴
Cr	环己烷丁酸铬，三-（1-苯基-1，3-丁二酮）铬Ⅲ
Cu	环己烷丁酸铜，双（1-苯基-1，3-丁二酮）铜Ⅱ
Fe	环己烷丁酸铁，三（1-苯基-1，3-丁二酮）（铁）Ⅲ
Hg	环己烷丁酸汞
K	环己烷丁酸钾
Li	环己烷丁酸锂
Mg	环己烷丁酸镁
Mn	环己烷丁酸锰
Na	环己烷丁酸钠，三苯基硼化钠
Ni	环己烷丁酸镍
P	磷酸三苯酯
Si	八苯基四硅氧烷
Sn	丁二锡（2-乙基己酯）
Sr	环己烷丁酸锶
Ti	四丁基钛，二乙醇胺钛酸盐
V	双（1-苯基-1，3 丁基二酮）氧化钒
Zn	环己烷丁酸锌

注：①非水溶液一般以甲基异丁酮及甲苯或二甲苯作为溶剂配制。
②本表摘自：李玉珍，邓宏筠．原吸收分析应用手册，表 23，北京：科学技术出版社，1990。

附录 7　金属及金属化合物之间的换算系数表

1. 此表以 Wilfred W. Scot 和 R. M. Meiklejohn 所编的表为素材改编而成。原子量皆按 1971 年国际原子量表。

2. 表中列出的物质是按分子式开头字母的顺序排列的。

3. 此表是按下述关系式制作的。即：

$A \times C = B$　　试中 C 是变换系数

$B \times D = A$　　试中 D 是变换系数

用表方法如下：①先在 A 栏找出已知物质，再在 B 栏中找到欲变换成的物质，读出 C 栏对应的变换系数，根据 $A \times C = B$ 进行计算。假如在 B 栏未列有变换的物质，则采用下面方法。②先在 A 栏中找出欲变换成的物质，再于 B 栏中查出已知物质，读出 D 栏中对应的变换系数，根据 $B \times D = A$ 进行计算。

（例）Cl→AgCl 的变换

i）在 B 栏查找对应于 A 栏中 Cl 的 AgCl……未查到

ii）在 B 栏查找对应于 A 栏中 AgCl 的 Cl……查到

iii）根据 $B \times D = A$，则

$Cl \times 4.0420 = AgCl$

4. 计算例

（1）对应于 1.0000g 的 SiO_2 是多少 g?

i）在 A 栏中查找 Si……查到

ii）在 B 栏查找 A 栏 Si 对应的 SiO_2……查到

iii）读出 C 栏对应的数值……2.1393

iv）代入 $A \times C = B$ 式进行计算

1.0000（g）×2.1393 = 2.1393（g）……答案

（2）2.8289g $K_2Cr_2O_7$ 中有多少 g Cr?

i）在 A 栏中查找 $K_2Cr_2O_7$……查到…ii）在 B 栏中查找对应于 A 栏 $K_2Cr_2O_7$ 的 Cr……未查到

iii）在 A 栏中查找 Cr……查到

iv）在 B 栏中查找 A 栏 Cr 对应的 $K_2Cr_2O_7$……查到

v）在 D 栏读出对应的数值……0.3534

vi）代入 $B \times D = A$ 式进行计算

2.8289（g）×0.3534 = 0.9997（g）……答案

金属及金属化合物之间的换算系数表

A	B	C	D	A	B	C	D
Ag	AgBr	1.7408	0.5745	AgI	NH_4I	0.6174	1.6197
Ag	$AgBrO_3$	2.1857	0.4575	AgI	HI	0.5448	1.8355
Ag	AgCl	1.3287	0.7526	AgI	I	0.5405	1.8501
Ag	AgCN	1.2412	0.8057	AgI	IO_3	0.7450	1.3423
Ag	AgI	2.1765	0.4595	AgI	I_2O_3	0.6427	1.5558
Ag	$AgNO_2$	1.4265	0.7010	AgI	I_2O_7	0.7790	1.2836
Ag	$AgNO_3$	1.5748	0.6350	AgI	KI	0.7071	1.4142
Ag	Ag_2O	1.0742	0.9309	AgI	KIO_3	0.9115	1.0971
Ag	Ag_3PO_4	1.2935	0.7731	AgI	NaI	0.6385	1.5662
Ag	$Ag_4P_2O_7$	1.4031	0.7127				
Ag	As	0.2315	4.3197	$AgNO_2$	HNO_2	0.3055	3.2733
Ag	Br	0.7408	1.3499	$AgNO_2$	N_2O_3	0.2470	4.0486
Ag	HBr	0.7501	1.3332	$AgNO_3$	HNO_3	0.3709	2.6961
Ag	Cl	0.3287	3.0423	$AgNO_3$	Nacl	0.3440	2.9067
Ag	HCl	0.3380	2.9586	$AlCl_3$	Cl	0.7977	1.2537
Ag	HI	1.1858	0.8433	$AlCl_3$	H_2SO_4	1.1031	0.9064

A	B	C	D	A	B	C	D
Ag	I	1.1765	0.8500				
Ag	KBr	1.1032	0.9065	AlF_3	CaF_2	1.3934	0.7170
Ag	KCl	0.6911	1.4470	Al_2O_3	Al	0.5292	1.8894
Ag	$KClO_3$	1.1361	0.8802	Al_2O_3	$AlCl_3$	2.6156	0.3823
Ag	KCN	0.6037	1.6565	Al_2O_3	$Al_2P_2O_7$	2.2352	0.4474
Ag	KI	1.5389	0.6498	Al_2O_3	$Al_2P_2O_8$	2.3921	0.4180
Ag	NaBr	0.9539	1.0483	Al_2O_3	$Al_2(SO_4)_3$	3.3555	0.2980
Ag	NaCl	0.5418	1.8457	Al_2O_3	$Al_2(SO_4)_3 \cdot 18H_2O$	6.5359	0.1530
Ag	NaI	1.3896	0.7196				
Ag Br	Br	0.4255	2.3502	Al_2O_3	FeO	2.1138	0.4731
Ag Br	BrO_3	0.6812	1.4680	Al_2O_3	Fe_2O_3	1.5662	0.6385
Ag Br	HBr	0.4309	2.3207	Al_2O_3	H_2SO_4	2.8857	0.3466
Ag Br	KBr	0.6338	1.5778	Al_2O_3	$K_2Al_2(SO_4)_4 \cdot 24H_2O$	9.3050	0.1075
Ag Br	$KBrO_3$	0.8894	1.1244				
Ag Br	$AgBrO_3$	1.2556	0.7964	Al_2O_3	$Na_2Al_2O_4$	1.6079	0.6219
Ag Br	NaBr	0.5480	1.8248	Al_2O_3	$(NH_4)_2Al_2(SO_4)_4 \cdot 24H_2O$	8.8920	0.1125
Ag Cl	$AgNO_3$	1.1853	0.8437				
Ag Cl	Cl	0.2474	4.0420	Al_2O_3	Na_3AlF_6	4.1181	0.2428
Ag Cl	HCl	0.2544	3.9308				
Ag Cl	KCl	0.5202	1.9223	$AlPO_4$	Al	0.2212	4.5199
Ag Cl	$KClO_3$	0.8551	1.1695	$AlPO_4$	Al_2O_3	0.4180	2.3922
Ag Cl	NaCl	0.4078	2.4522	$AlPO_4$	P_2O_5	0.5819	1.7184
Ag Cl	NH_4Cl	0.3732	2.6795				
Ag Cl	$ZnCl_2$	0.4754	2.1032	$Al_2P_2O_7$	P_2O_5	0.6228	1.6056
Ag CN	KCN	0.4864	2.0559	$Al_2P_2O_8$	P_2O_5	0.5820	1.7183
Ag CN	KCN	0.2019	4.9540	$Al_2(SO_4)_3$	$BaSO_4$	2.0466	0.4886
$Al_2(SO_4)_3$	H_2SO_4	0.8601	1.1629	KBF_4	$Na_2B_4O_7 \cdot 10H_2O$	0.7573	1.3205
$Al_2(SO_4)_3$	$NaHCO_3$	1.4730	0.6788				
$Al_2(SO_4)_3$	SO_3	0.7020	1.4245	Ba	$Ba(C_2H_3O_2)_2$	1.8598	0.5377
As	AsO_3	1.6406	0.6095	Ba	$BaCrO_4$	1.8446	0.5421
As	AsO_4	1.8542	0.5393	Ba	$BaSO_4$	1.6994	0.5884
As	As_2O_3	1.3203	0.7574	Ba	$BaCO_3$	1.4369	0.6959
As	As_2O_5	1.5338	0.6520	Ba	BaS_2O_3	1.8164	0.5506
As	As_2S_3	1.6418	0.6090	Ba	S_3	0.7003	1.4279
As	As_2S_5	2.0698	0.4832	Ba	S_4	0.9337	1.0710
As	2I	3.3877	0.2952	$BaCl_2$	$BaSO_4$	1.1208	0.8922
As	$Mg_2As_2O_7$	2.0718	0.4826	$BaCl_2$	H_2SO_4	0.4709	2.1234
As	NaH_2AsO_4	2.180	0.4570	$BaCO_3$	$BaCrO_4$	1.2837	0.7790
As	Na_2HAsO_4	2.4813	0.4030	$BaCO_3$	Bao	0.7770	1.2870
As_2O_3	$Mg_2As_2O_7$	1.5692	0.6373	$BaCO_3$	C	0.0609	16.431
As_2O_3	$Mg_2P_2O_7$	1.1249	0.8890	$BaCO_3$	CO_2	0.2230	4.4842
As_2O_3	As_2O_5	1.1617	0.8608	$BaCrO_4$	BaO	0.6053	1.6521
As_2O_3	As_2S_3	1.2435	0.8042	$BaCrO_4$	$BaSO_4$	0.9213	1.0854
As_2O_3	As_2S_5	1.5676	0.6379	$BaCrO_4$	Cr	0.2052	4.8722
As_2O_3	4I	2.5658	0.3897	$BaCrO_4$	CrO_3	0.3947	2.5335
As_2O_5	As_2S_5	1.3494	0.7411	$BaCrO_4$	Cr_2O_3	0.3000	3.3336

A	B	C	D	A	B	C	D
As_2O_5	$Mg_2As_2O_7$	1.3507	0.7403	$BaCrO_4$	$Cr_2(SO_4)_3 \cdot 18H_2O$	1.4140	0.7072
As_2O_5	NaH_2AsO_4	1.4264	0.7011				
As_2O_5	Na_2HAsO_4	1.6178	0.6182	$BaCrO_4$	K_2CrO_4	0.7665	1.3046
As_2O_5	4I	2.2086	0.4528	$BaCrO_4$	$K_2Cr_2O_7$	0.5807	1.7222
Au	$AuCl_3$	1.5400	0.6494	$Ba(OH)_2$	H_2SO_4	0.5723	1.7472
Au	$HAuCl_4 \cdot 4H_2O$	2.0910	0.4783	BaO_2	Ba	0.8110	1.2330
Au	$KAu(CN)_4 \cdot H_2O$	1.8183	0.5500	$BaSiF_6$	Ba	0.4915	2.0345
$BaSiF_6$	$BaCl_2$	0.7453	1.3418	$BaSiF_6$	$BaCl_2$	0.7453	1.3418
$BaSiF_6$	BaF_2	0.6275	1.5936	$BaSiF_6p$	BaF_2	0.275	1.5936
B	B_2O_3	3.2201	0.3106	$BaSiF_6$	BaO	0.5488	1.8222
B	H_3BO_3	5.7199	0.1748	$BaSiF_6$	F	0.4079	2.4512
B	KBF_4	11.647	0.0859	$BaSiF_6$	H_2SiF_6	0.5157	1.9392
B_2O_3	BO_2	1.2298	0.8131	$BaSiF_6$	SiF_4	0.3725	2.6846
B_2O_3	BO_3	1.6894	0.5919	$BaSiF_6$	SiO_2	0.2150	4.6504
B_2O_3	B_4O_7	1.1149	0.8970	BaS	Ba	0.8107	1.2334
B_2O_3	H_3BO_3	1.7764	0.5629	BaS	$BaSO_3$	1.2833	0.7792
B_2O_3	KBF_4	3.6170	0.2765	BaS	$BaSO_4$	1.3778	0.7258
B_2O_3	$Na_2B_4O_7 \cdot 10H_2O$	2.7390	0.3650	BaS	BaS_2O_3	1.4726	0.6791
$BaSO_3$	Ba	0.6317	1.5829				
KBF_4	H_3BO_3	0.4911	2.9362	$BaSO_3$	$BaSO_4$	1.0736	0.9314
$BaSO_3$	BaS_2O_3	1.1475	0.8715	Bi	BiOCl	1.2462	0.8024
$BaSO_4$	$Al_2(SO_4)_3$	0.4886	2.0466	BiOCl	$Bi(NO_3)_3 \cdot 5H_2O$	1.8626	0.5369
$BaSO_4$	$BaCl_2$	0.8922	1.1208				
$BaSO_4$	$BaCl_2 \cdot 2H_2O$	1.0466	0.9555	BiOCl	Bi_2O_3	0.8946	1.1178
$BaSO_4$	$BaCO_3$	0.8455	1.1827	BiOCl	$BiONO_3$	1.1020	0.9075
$BaSO_4$	$Ba(NO_3)_2$	1.1198	0.8930				
$BaSO_4$	BaO	0.6570	1.5221	Bi_2O_3	$BiAsO_4$	1.4932	0.6696
$BaSO_4$	BaO_2	0.7255	1.3783	Bi_2O_3	$BiONO_3$	1.2318	0.8118
$BaSO_4$	$Ba_3(PO_4)_2$	0.8597	1.1631	Bi_2O_3	$Bi(NO_3)_3 \cdot 5H_2O$	2.0820	0.4803
$BaSO_4$	BaS	0.7258	1.3778				
$BaSO_4$	$Ba_2S_2O_3$	1.0688	0.9356	Bi_2O_3	Bi_2SO_3	1.0688	0.9356
$BaSO_4$	$CaSO_3$	0.5147	1.9428	Bi_2S_3	Bi	0.8130	1.2301
$BaSO_4$	$CaSO_4$	0.5833	1.7144	Bi_2S_3	Bi_2O_3	0.9063	1.1034
$BaSO_4$	FeS	0.3766	2.6551				
$BaSO_4$	H_2S	0.1460	6.8494	Br	AgCl	1.7937	0.5575
$BaSO_4$	H_2SO_3	0.3516	2.8437	Br	AgBr	2.3500	0.4255
$BaSO_4$	H_2SO_4	0.4202	2.3798	Br	HBr	1.0126	0.9875
$BaSO_4$	K_2SO_4	0.7466	1.3394	Br	O	0.1001	9.9884
$BaSO_4$	$K_2Al_2(SO_4)_4 \cdot 24H_2O$	1.0162	0.9840	BrO_3	Ag	0.8434	1.1857
$BaSO_4$	$KHSO_4$	0.5834	1.7141	BrO_3	AgBr	1.4681	0.6812
$BaSO_4$	MgO	0.1727	5.7909	Ca	$CaCl_2$	2.7691	0.3611
$BaSO_4$	$MgSO_4 \cdot 7H_2O$	1.0560	0.9470	Ca	CaO	1.3992	0.7147
$BaSO_4$	$MnSO_4$	0.6467	1.5457	Ca	Cl_2	1.7691	0.5653
$BaSO_4$	Na_2CO_3	0.4541	2.2021	Ca	$CaSO_4$	3.3966	0.2944
$BaSO_4$	$NaHSO_3$	0.4458	2.2430	$Ca_3(AsO_4)_2$	$Mg_2As_2O_7$	0.7799	1.2823
$BaSO_4$	Na_2O	0.2656	3.7658	$Ca(CH_3CO_2)_2$	CaO	0.3546	2.8204

A	B	C	D	A	B	C	D
$BaSO_4$	Na_2S	0.3344	2.9908	$Ca(CH_3CO_2)_2$	CH_3COOH	0.7594	1.3169
$BaSO_4$	Na_2SO_3	0.5400	1.8518	$Ca(CH_3CO_2)_2$	H_2SO_4	0.6201	1.6128
$BaSO_4$	$Na_2S_2O_3$	0.3387	2.9526				
$BaSO_4$	$Na_2S_2O_4$	0.6086	1.6432	$CaCl_2$	$CaCO_3$	0.9018	1.1089
$BaSO_4$	$Na_2SO_4 \cdot 10H_2O$	1.3804	0.7244	$CaCl_2$	CaO	0.5053	1.9791
$BaSO_4$	$(NH_4)_2SO_4$	0.5661	1.7664	$CaCl_2$	$CaSO_4$	1.2266	0.8152
$BaSO_4$	$PbSO_4$	1.2993	0.7696	$CaCl_2$	Cl_2	0.6389	1.5653
$BaSO_4$	S	0.1374	7.2800	$CaCO_3$	Ca	0.4004	2.4972
$BaSO_4$	SO_2	0.2745	3.6435	$CaCO_3$	$Ca(HCO_3)_2$	1.6197	0.6174
$BaSO_4$	SO_3	0.3430	2.9153	$CaCO_3$	CaO	0.5603	1.7848
$BaSO_4$	SO_4	0.4116	2.4298	$CaCO_3$	CO_2	0.4397	2.2742
$BaSO_4$	ZnS	0.4175	2.3953	$CaCO_3$	$CaSO_4$	1.3602	0.7352
$BaSo_4$	$ZnSO_4 \cdot 7H_2O$	1.2320	0.8117	$CaCO_3$	$CaSO_4 \cdot 2H_2O$	1.7201	0.5813
$CaCO_3$	K_2CO_3	1.3808	0.7242				
Bi	$BiAsO_4$	1.6647	0.6007	$CaCO_3$	Na_2CO_3	1.0589	0.9443
Bi	Bi_2O_3	1.1148	0.8970	$CaCO_3$	HCl	0.7286	1.3726
CaF_2	Ca	0.5133	1.9480	CaS	$BaSO_4$	3.2353	0.3091
CaF_2	CaO	0.7183	1.3923				
CaF_2	$CaSO_4$	1.7436	0.5735	$CaSO_3$	$BaSO_4$	1.9427	0.5147
CaF_2	F	0.4867	2.0548	$CaSO_4$	$BaSO_4$	1.7144	0.5833
CaF_2	HF	0.5125	1.9513	$CaSO_4$	$CaCl_2$	0.8152	1.2266
CaF_2	H_2SiF_6	1.8455	0.5419	$CaSO_4$	CaF_2	0.5735	1.7436
CaF_2	NaF	1.0756	0.9298	$CaSO_4$	F	0.2792	3.5828
$Ca(HCO_3)_2$	CaO	0.3459	2.8908	$CaSO_4$	HF	0.2940	3.4024
$Ca(HCO_3)_2$	CO_2	0.5430	1.8418	$CaSO_4$	H_2SO_4	0.7204	1.3881
$CaHPO_4$	CaO	0.4122	2.4262	$CaSO_4$	SO_3	0.5881	1.7005
$CaHPO_4$	$Ca_2P_2O_7$	0.9338	1.0708	$CaWO_4$	WO_3	0.8052	1.2419
$CaHPO_4$	P_2O_5	0.5216	1.9170	Cd	$CdCl_2$	1.6308	0.6132
Cd	$Cd(NO_3)_2$	2.1033	0.4754				
$Ca(H_2PO_4)_2$	$NaHCO_3$	0.7178	1.3930	Cd	CdO	1.1423	0.8754
$Ca(H_2PO_4)_2$	P_2O_5	0.6065	1.6489	Cd	CdS	1.2852	0.7781
$CaH_2P_2O_7$	$Ca(H_2PO_4)$ 2	1.0834	0.9230	Cd	$CdSO_4$	1.8546	0.5392
$CaH_2P_2O_7$	CaO	0.2596	3.8524	Cd	S	0.2852	3.5059
$CaH_2P_2O_7$	$NaHCO_3$	0.7778	1.2858	CdO	$CdCl_2$	1.4276	0.7005
$CaH_2P_2O_7$	P_2O_5	0.6570	1.5220	CdO	CdS	1.1251	0.8888
$Ca(HSO_3)_2$	CaO	0.2773	3.6058	CdO	$CdSO_4$	1.6235	0.6159
$Ca(HSO_3)_2$	SO_2	0.6336	1.5784	CdS	$CdCl_2$	1.2689	0.7881
$Ca(NO_3)_2$	N_2O_5	0.6582	1.5192	CdS	$Cd(NO_3)_2$	1.6365	0.6111
CaO	Ca	0.7147	1.3992	CdS	$CdSO_4$	1.4430	0.6930
CaO	$Ca(CH_3CO_2)_2$	2.8204	0.3546	CdS	H_2S	0.2359	4.2394
CaO	$Ca(H_2PO_4)_2$	4.1736	0.2396	CdS	S	0.2219	4.5059
CaO	$Ca_3P_2O_8$	1.8437	0.5424	Ce	$Ce_2(C_2O_4)_3 \cdot 3H_2O$	2.1351	0.4684
CaO	$CaSO_3$	2.1423	0.4668				
CaO	$CaSO_4$	2.4276	0.4119	Ce	$Ce(NO_3)_4$	2.7701	0.3610
CaO	$CaSO_4 \cdot 2H_2O$	3.0701	0.3257	Ce	$Ce(NO_3)_4(NH_4NO_3)_2 \cdot H_2O$	4.0411	0.2475
CaO	CH_3CO_2H	2.1417	0.4669				

A	B	C	D	A	B	C	D
CaO	CO_2	0.7848	1.2742	Ce	Ce_2O_3	1.1713	0.8538
CaO	H_2SO_4	1.7488	0.5718	Ce	CeO_2	1.2284	0.8141
CaO	NaCl	2.0842	0.4798	Ce	$Ce(SO_4)_3$	3.0565	0.3272
CaO	Na_2CO_3	1.8900	0.5291	CeO_2	$Ce(NO_3)_4$	2.2551	0.4434
Na_2SO_4	2.5328	0.3948	Ce_2O_3	CeO_2	CeO_2	1.0488	0.9535
CaO	S	0.5717	1.7492	Ce_2O_3	$Ce(NO_3)_4$	2.3650	0.4228
CaO	SO_3	1.4276	0.7005	CH_2ClCO_2H	Cl	0.3752	2.6654
$Ca_3P_2O_8$	$Mg_2P_2O_7$	0.7175	1.3937	$CH_3CHOH \cdot CO_2H$	H_2SO_4	0.5444	1.8370
$Ca_3P_2O_8$	$(NH_4)_3PO_4 \cdot 12MoO_3$	12.098	0.0826	CH_3COOH	$Ca(CH_3CO_2)_2$	1.3169	0.7594
$Ca_3P_2O_8$	P_2O_5	0.4576	2.1852	CH_3COOH	CH_3CO_2Na	1.3660	0.7320
CH_3COOH	$(CH_3CO_2)_2O$	0.8500	1.1764	Cl	$PbCrO_4$	4.5580	0.2194
CH_3COOH	H_2SO_4	0.8166	1.2246	Cl	$ZnCl_2$	1.9220	0.5202
CH_3COOH	Na_2CO_3	0.8824	1.1332	ClO_3	KCl	0.8933	1.1194
CH_3COOH	Na_2O	0.5160	1.9378	ClO_3	KCl	0.8933	1.1194
CH_3COOH	Pb	1.7255	0.5796	ClO_3	AgCl	1.7174	0.5823
ClO_3 ·	NaCl	0.7003	1.4279				
CH_3CO_2Na	H_2SO_4	0.5978	1.6730	ClO_4	AgCl	1.4411	0.6939
CH_3CO_2Na	Na_2O	0.3778	2.6472	ClO_4	KCl	0.7496	1.3340
CH_3CO_2Na	Na_2SO_4	0.8657	1.1552	ClO_4	NaCl	0.5877	1.7017
$(CH_3CO_2)_2O$	H_2SO_4	0.9607	1.0410	CN	Ag	4.1459	0.2412
$C_2H_2O_4$	H_2SO_4	1.0893	0.9180	CN	AgCN	5.1459	0.1943
$C_2H_2O_4 \cdot 2H_2O$	H_2SO_4	0.7780	1.2854	CNS	AgCNS	2.8573	0.3500
Cl	$AgNO_3$	4.7915	0.2087	CNS	$(CN)_2S$	0.7240	1.3812
Cl	$BaCrO_4$	3.5728	0.2798	Co	$(NH_4)_2Co(SO_4)_2 \cdot 6H_2O$	6.7062	0.1491
Cl	CsCl	4.7488	0.2106				
Cl	F	0.5359	1.8661	Co	$Co(NO_3)_2 \cdot 6H_2O$	4.9384	0.2025
Cl	HCl	1.0284	0.9724				
Cl	H_2SO_4	1.3832	0.7230	Co	$Co(NO_2)_3(KNO_2)_3$	7.6741	0.1303
Cl	I	3.5795	0.2794				
Cl	K	1.1028	0.9068	Co	CoO	1.2715	0.7865
Cl	KCl	2.1028	0.475€	Co	Co_3O_4	1.3620	0.7341
Cl	$KClO_3$	3.4567	0.2893	Co	$CoSO_4$	2.6299	0.3802
Cl	$KClO_4$	3.9080	0.2559	Co	$CoSO_4 \cdot 7H_2O$	4.7698	0.2097
CL	Li	0.1958	5.1078	CoO	Co_3O_4	1.0712	0.9335
Cl	Mg	0.3428	2.9174	CoO	$Co(NO_2)_3(KNO_2)_3$	6.0356	0.1657
Cl	$MgCl_2$	1.3428	0.7448				
Cl	$MgCl_2 \cdot 6H_2O$	2.8672	0.3488	CoO	$CoSO_4$	2.0684	0.4835
Cl	MnO_2	1.2261	0.8156				
Cl	Na	0.6485	1.5421	CO_2	BaO	3.4842	0.2870
Cl	NaCl	1.6485	0.6066	CO_2	$Ba(HCO_3)_2$	2.9468	0.3394
Cl	$NaClO_3$	3.0023	0.3331	CO_2	C	0.2729	0.6641
Cl	$NaClO_4$	3.4536	0.2896	CO_2	$CdCO_3$	3.9175	0.2553
Cl	NH_4	0.5088	1.9654	CO_2	CO_3	1.3635	0.7334
Cl	NH_4Cl	1.5088	0.6628	CO_2	Cs_2CO_3	7.4034	0.1351
Cl	O	0.2256	4.4318	CO_2	$FeCO_3$	2.6325	0.3799
Cl	Rb	2.4107	0.4148	CO_2	$Fe(HCO_3)_2$	2.0210	0.4948

A	B	C	D	A	B	C	D
Cl	RbCl	3.4107	0.2932	CO_2	H_2SO_4	2.2284	0.4487
Cl	Sn^{4+}	0.8369	1.1948	CO_2	K_2CO_3	3.1403	0.3184
Cl	$SnCl_2$	2.6739	0.3740	CO_2	K_2O	2.1403	0.4672
Cl	$SnCl_4$	1.8369	0.5444	CO_2	Li_2CO_3	1.6790	0.5956
Cl	$PbCl_2$	3.9222	0.2550	CO_2	$LiHCO_3$	1.5442	0.6476
CO_2	Li_2O	0.6790	1.4728	Cs_2O	Cs_2PtCl_6	2.3903	0.4184
CO_2	$MgCO_3$	1.9158	0.5220	Cs_2O	CsCl	1.1948	0.8369
CO_2	$Mg(HCO_3)_2$	1.6626	0.6014	Cs_2O	Cs_2SO_4	1.2841	0.7788
CO_2	MgO	0.9158	1.0919				
CO_2	$MnCO_3$	2.6119	0.3829	CsCl	Cs_2PtCl_6	2.0006	0.4998
CO_2	$Mn(HCO_3)_2$	2.0106	0.4974	CsCl	Cs_2SO_4	1.0747	0.9304
CO_2	MnO	1.6119	0.6204	Cs_2CO_3	Cs_2PtCl_6	2.0675	0.4837
CO_2	Na_2CO_3	2.4083x	0.4152	Cs_2CO_3	Cs_2SO_4	1.1106	0.9004
CO_2	$NaHCO_3$	1.9088	0.5239	Cu	CuO	1.2518	0.7989
CO_2	Na_2SO_4	3.2274	0.3098	Cu	Cu_2O	1.1259	0.8882
CO_2	Na_2O	1.4083	0.7101	Cu	Cu_2S	1.2522	0.7986
CO_2	$(NH_4)_2CO_3$	2.1833	0.4580	Cu	$CuSO_4$	2.5116	0.3981
CO_2	$PbCO_3$	6.0716	0.1647	Cu	$CuSO_4 \cdot 5H_2O$	3.9291	0.2545
CO_2	Rb_2CO_3	5.2476	0.1906	Cu	CuCNS	1.9139	0.5225
CO_2	$RbHCO_3$	3.3285	0.3004				
CO_2	Rb_2O	4.2476	0.2354	CuO	CuCNS	1.5290	0.6540
CO_2	$SrCO_3$	3.3545	0.2981	CuO	$CuSO_4$	2.0064	0.4984
CO_2	$Sr(HCO_3)_2$	2.3819	0.4198	CuO	H_2SO_4	1.2329	0.8111
CO_2	SrO	2.3545	0.4247	CuO	$CuSO_4 \cdot 5H_2O$	3.1388	0.3186
CO_2	$ZnCO_3$	2.8491	0.3510	CuS	S	0.3353	2.9821
Cr	Cr_2O_3	1.4615	0.6842	Cu_2S	CuO	0.9996	1.0004
Cr	$FeSO_4$	8.7644	0.1141	Cu_2S	Cu_2O	0.8991	1.1122
Cr	K_2CrO_4	3.7347	0.2678	Cu_2S	$CuSO_4 \cdot 5H_2O$	3.1376	0.3187
Cr	$K_2Cr_2O_7$	2.8289	0.3534	Er	Er_2O_3	1.1435	0.8746
Cr	$KMnO_4$	1.8236	0.5484				
Cr	$PbCrO_4$	6.2157	0.1609	F	HF	1.0531	0.9496
CrO_2	$BaCrO_4$	3.0161	0.3316	F	H_2SiF_6	1.2641	0.7908
CrO_2	CrO_3	1.1905	0.8400	F	K_2SiF_6	1.9324	0.5175
CrO_2	$PbCrO_4$	3.8478	0.2599	F	NaF	2.2101	0.4525
CrO_3	K_2CrO_4	1.9420	0.5149	F	Na_2SiF_6	1.6498	0.6060
CrO_3	$K_2Cr_2O_7$	1.4710	0.6798	Fe	$FeCl_2$	2.2696	0.4406
CrO_3	$PbCrO_4$	3.2321	0.3094	Fe	$FeCl_3$	2.9045	0.3443
Fe	$FeCl_3 \cdot 6H_2O$	4.8400	0.2066				
Cr_2O_3	$PbCrO_4$	4.2528	0.2351	Fe	$Fe(HCO_3)_2$	3.1852	0.3140
Cr_2O_3	CrO_3	1.3158	0.7600	Fe	FeO	1.2865	0.7773
Cs	Cl	0.2668	3.7488	Fe	Fe_2O_3	1.4297	0.6994
Cs	CsCl	1.2668	0.7894	Fe	Fe_3O_4	1.3820	0.7236
Cs	Cs_2O	1.0602	0.9432	Fe	$FePO_4$	2.7006	0.3703
Cs	Cs_2CO_3	1.2258	0.8158	Fe	FeS	1.5741	0.6353
Cs	Cs_2SO_4	1.3614	0.7346	Fe	FeS_2	2.1481	0.4655
Cs	Cs_2PtCl_6	2.5342	0.3946	Fe	$FeSO_4$	2.7200	0.3676

A	B	C	D	A	B	C	D
Fe	$FeSO_4 \cdot 7H_2O$	4.9781	0.2009	Fe	$FeSO_4 \cdot H_2O$	4.9781	0.2009
Fe	$Fe_2(SO_4)_3$	3.5800	0.2794	$Fe_2(SO_4)_3H_2SO_4$	H_2SO_4	0.7359	1.3591
Fe	$FeSO_4(NH_4)_2SO_4 \cdot 6H_2O$	7.0215	0.1424	$FeSO_4(NH_4)_2$	$NaCr_2O_7$	0.1114	8.9814
Fe	$Na_2Cr_2O_7$	0.7818	1.2792				
Fe	$K_2Cr_2O_7$	0.8780	1.1388				
FeO	Al_2O_3	0.4731	2.1138	Ga	Ga_2O_3	1.3442	0.7440
FeO	$FeCO_3$	1.6126	0.6201	Ga	Ga_2S_3	1.6897	0.5918
FeO	$Fe(HCO_3)_2$	2.4758	0.4039	Ge	GeO_2	1.4408	0.6941
FeO	Fe_2O_3	1.1114	0.8998	Ge	K_2GeF_6	3.6476	0.2742
FeO	$FePO_4$	2.0992	0.4764	H	H_2O	8.9370	0.1119
FeO	FeS	1.2235	0.8173				
FeO	FeS_2	1.6698	0.5989	HCl	HNO_2	1.2894	0.7755
FeO	$FeSO_4$	2.1143	0.4730	HCl	HNO_3	1.7282	0.5786
FeO	$FeSO_4 \cdot 7H_2O$	3.8695	0.2584	HCl	H_2SO_3	1.1255	0.8884
FeO	H_2SO_4	1.3650	0.7326	HCl	H_2SO_4	1.3449	0.7436
FeO	SO_3	1.1143	0.8974	HCl	KCl	2.0447	0.4891
HCl	K_2O	1.2917	0.7742				
Fe_2O_3	Al_2O_3	0.6385	1.5662	HCl	NaCl	1.6029	0.6239
Fe_2O_3	$FeCl_3$	2.0314	0.4922	HCl	Na_2CO_3	1.4534	0.6880
Fe_2O_3	$FeCO_3$	1.4510	0.6892	HCl	NH_4Cl	1.4671	0.6816
Fe_2O_3	$Fe(HCO_3)_2$	2.2278	0.4489	HCl	$SnCl_4$	1.7862	0.5600
Fe_2O_3	Fe_3O_4	0.9666	1.0338				
Fe_2O_3	$FePO_4$	1.8888	0.5294	HCNS	AgCNS	2.8086	0.3561
Fe_2O_3	FeS	1.1010	0.9083	HCNS	CuCNS	2.0584	0.4858
Fe_2O_3	FeS_2	1.5024	0.6656	HCNS	$BaSO_4$	3.9502	0.2532
Fe_2O_3	$FeSO_4$	1.9024	0.5256	HCO_2H	H_2SO_4	1.0654	0.9386
Fe_2O_3	$FeSO_4 \cdot 7H_2O$	3.4818	0.2872	HF	K_2SiF_6	1.8350	0.5450
Fe_2O_3	$FeSO_4(NH_4)_2SO_4 \cdot 6H_2O$	4.9110	0.2036	HF (2HF)	H_2SiF_6	3.6011	0.2776
Fe_2O_3	$Fe_2(SO_4)_3$	2.5040	0.3994	HF (6HF)	H_2SiF_6	1.2004	0.8328
Fe_2O_3	H_2SO_4	1.8423	0.5428	Hg	HgCl	1.1767	0.8498
Fe_2O_3	SO_3	1.5039	0.6649	Hg	$HgCl_2$	1.3535	0.7388
$FePO_4$	P_2O_5	0.4706	2.1250	Hg	HgO	1.0798	0.9261
FeS	$BaSO_4$	2.6551	0.3766	Hg	HgS	1.1598	0.8622
FeS	H_2S	0.3876	2.5797	HgCl	$HgNO_3$	1.1125	0.8989
FeS	H_2SO_4	1.1156	0.8963	HgCl	HgS	0.9856	1.0146
FeS	S	0.3647	2.7420	HgCl	$SnCl_2$	0.4016	2.4900
				HgCl	$SnCl_4$	0.5518	1.8122
FeS_2	S	0.5344	1.8710	$HgCl_2$	HgCl	0.8694	1.1502
$FeSO_4$	H_2SO_4	0.6456	1.5489	$HgCl_2$	HgS	0.8569	1.1670
$FeSO_4$	SO_3	0.5271	1.8973	HgO	HgCl	1.0898	0.9176
$FeSO_4 \cdot 7H_2OH_2SO_4$	H_2SO_4	0.3528	2.8347	Hg_2O	HgCl	1.1316	0.8837
HgS	$Hg(CN)_2$	1.0859	0.9209	H_2SiF_6	SiF_4	0.7223	1.3844
HgS	$HgNO_3$	1.1287	0.8860	H_2SiF_6	SiF_6	0.9860	1.0142
HgS	$Hg(NO_3)_2$	1.3952	0.7167				

A	B	C	D	A	B	C	D
HgS	Hg_2O	0.8966	1.1154	H_2SO_3	H_2SO_4	1.1949	0.8369
HgS	HgO	0.9310	1.0742	H_2SO_3	SO_2	0.7805	1.2812
HgS	$HgSO_4$	1.2751	0.7843	H_2SO_4	$CuSO_4$	1.6274	0.6145
HI	Pd	0.4159	2.4044	H_2SO_4	Fe	0.5694	1.7561
HI	PdI_2	1.4081	0.7102	H_2SO_4	H_3AsO_4	0.9648	1.0365
HI	T1I	2.5899	0.3861	H_2SO_4	$H_2C_2O_4$	0.9180	1.0893
HNO_2	H_2SO_4	1.0431	0.9588	H_2SO_4	H_2S	0.3475	2.8781
HNO_2	NO	0.6382	1.5668	H_2SO_4	$K_2Al_2(SO_4)\cdot 24H_2O_4$	2.4185	0.4136
HNO_2	NH_3	0.3622	2.7606	H_2SO_4	K_2O	0.9605	1.0412
HNO_3	CI	0.5626	1.7774	H_2SO_4	KOH	1.1442	0.8740
HNO_3	H_2SO_4	0.7782	1.2850	H_2SO_4	K_2SiF_6	1.1230	0.8904
HNO_3	KNO_3	1.6045	0.6233	H_2SO_4	K_2SO_4	1.7768	0.5628
HNO_3	N	0.2223	4.4988	H_2SO_4	MgO	0.4110	2.4333
HNO_3	$NaNO_3$	1.3488	0.7414	H_2SO_4	$MgSO_4$	1.2273	0.8148
HNO_3	NH_3	0.2703	3.7000	H_2SO_4	NaCI	1.1918	0.8391
HNO_3	NH_4CI	0.8499	1.1780	H_2SO_4	Na_2CO_3	1.0807	0.9253
HNO_3	NH_4OH	0.5562	1.7980	H_2SO_4	$Na_2C_2O_4$	1.3663	0.7319
HNO_3	$(NH_4)_2PtCl_6$	3.5222	0.2840	H_2SO_4	$Na_2Cr_2O_7$	2.6711	0.3744
HNO_3	NO	0.4762	2.1000	H_2SO_4	$NaHCO_3$	1.7132	0.5837
HNO_3	N_2O_3	0.6032	1.6580	H_2SO_4	NaH_2PO_4	2.4466	0.4087
HNO_3	N_2O_4	0.7301	1.3696	H_2SO_4	Na_2HPO_4	2.8950	0.3455
HNO_3	N_2O_5	0.8571	1.1668	H_2SO_4	$NaHSO_3$	2.1220	0.4713
HNO_3	NaOH	0.6347	1.5754	H_2SO_4	$NaNO_3$	1.7332	0.5769
HNO_3	KOH	0.8904	1.1231	H_2SO_4	Na_2O	0.6320	1.5824
HNO_3	Pt	1.5480	0.6460	H_2SO_4	NaOH	0.8156	1.2260
H_3PO_4	HPO_3	0.8162	1.2252	H_2SO_4	Na_3PO_4	1.1144	0.8973
H_3PO_4	$H_4P_2O_7$	0.9081	1.1012	H_2SO_4	Na_2S	0.7957	1.2567
H_3PO_4	H_2SO_4	1.0008	0.9992	H_2SO_4	Na_2SiF_6	0.9587	1.0430
H_3PO_4	$Mg_2P_2O_7$	1.1356	0.8806	H_2SO_4	Na_2SO_3	2.5702	0.3891
H_3PO_4	P	0.3161	3.1638	H_2SO_4	Na_2SO_4	1.4483	0.6905
H_3PO_4	P_2O_5	0.7242	1.3808	H_2SO_4	NH_3	0.3472	2.8793
H_2S	As_2S_3	2.4066	0.4155	H_2SO_4	NH_4Cl	1.0908	0.9167
H_2S	As_2O_5	1.3490	0.7415	H_2SO_4	$(NH_4)_2O$	0.5310	1.8833
H_2S	S	0.9408	1.0629	H_2SO_4	NH_4OH	0.7147	1.3992
H_2S	SO_2	1.8799	0.5319	H_2SO_4	$(NH_4)_2S$	0.6948	1.3992
H_2S	SO_3	2.3491	0.4256	H_2SO_4	$(NH_4)_2SO_4$	163473	0.7422
H_2SiF_6	H_2SO_4	2.0418	0.4897	H_2SO_2	$(NH_4)_2S_2O_8$	2.3267	0.4298
H_2SiF_6	K_SiF_6	1.5287	0.6542	H_2SO_4	N_2O_3	0.7750	1.2902
				H_2SO_4	N_2O_4	0.9382	1.0659
H_2SO_4	N_2O_5	1.1013	0.9080				
H_2SO_4	P_2O_5	1.4473	0.6909	K_2AI_2 $(SO_4)_4$	$NaHCO_3$	0.9762	1.0245
H_2SO_4	S	0.3269	3.0591				
H_2SO_4	SO_2^*	0.6532	1.5310	KBF_4	$Na_2B_4OO_7\cdot 10H_2O$	0.7573	1.3204
H_2SO_4	SO_2^+	1.3064	0.7655				
H_2SO_4	SO_3	0.8163	1.2250	KBr	Br	0.6715	1.4893
H_2SO_4	$S_2O_5Cl_2$	1.0963	0.9122	KCl	$KClO_3$	1.6438	0.6083

A	B	C	D	A	B	C	D
H_2SO_4	SO_3HCl	1.1881	0.8417	KCl	$KClO_4$	1.8584	0.5381
H_2SO_4	TiO_2	0.4073	2.4550	KCl	K_2PtCl_6	3.2596	0.3068
H_2SO_4	Zn	0.6666	1.5001	KCl	K_2SO_4	1.1687	0.8556
H_2SO_4	ZnO	0.8298	1.2051	KCl	Pt	1.3085	0.7642
H_2SO_4	$ZnSO_4$	1.6461	0.6075				
I	HI	1.0079	0.9921	$KClO_3$	K_2O	0.3839	2.6048
I	KI	1.3081	0.7645	$KClO_4$	K_2O	0.3399	2.9418
I	KIO_3	1.6863	0.5930	K_2CO_3	KOH	0.8120	1.2317
I	$NaIO_3$	1.5594	0.6413	K_2CO_3	K_2SO_4	1.2608	0.7931
I	Na_2SO_3	0.4966	2.0138	$K_2Cr_2O_7$	Fe	1.1388	0.8780
I	Pd	0.4192	2.3854	$K_2Cr_2O_7$	K_2O	0.3202	3.1231
I	PdI_2	1.4192	0.7046	$KHCO_3$	CO_2	0.4396	2.2748
I	Tl	1.6104	0.6210	$KHCO_3$	K_2SO_4	0.8703	1.1490
In	In_2O_3	1.2090	0.8272	$KHSO_4$	$BaSO_4$	1.7141	0.5834
In	In_2S_3	1.4189	0.7048	$KHSO_4$	K_2SO_4	0.6399	1.5628
Ir	Ir_2O_3	1.1248	0.8890	$KMnO_4$	Mn_2O_3	0.4995	2.0020
K	$KClO_4$	3.5436	0.2822	$KNnO_4$	Mn_3O_4	0.4826	2.0721
K	$K_2Al_2(SO_4)_4 \cdot 24H_2O$	12.133	0.0824	$KMnO_4$	$NaMnO_4$	0.8981	1.1135
K	KBr	3.0437	0.3285	KNO_3	K_2PtCl_6	2.4035	0.4160
K	$KClO_4$	3.5436	0.2822	KNO_3	$NaNO_3$	0.8407	1.1895
K	KI	4.2458	0.2355	KNO_3	NO	0.2968	3.3694
K	K_2O	1.2046	0.8302	KNO_3	N_2O_5	0.5342	1.8720
K	K_2PtCl_6	6.2152	0.1609	KOH	K_2CO_3	1.2316	0.8120
K	K_2SO_4	2.2284	0.4488	KOH	K_2O	0.8394	1.1912
				KOH	NaOH	0.7129	1.4027
$K_2Al_2(SO_4)_4 \cdot 24H_2O$	Al	0.0569	17.582	K_2MnO_4	Mn_2o_3	0.4004	2.4974
$K_2Al_2(SO_4)_4 \cdot 24H_2O$	H_2O	0.4557	2.1944	K_2HAsO_4	$Mg_2As_2O_7$	0.7117	1.4052
				K_2O	Cl	0.7528	1.3284
$K_2Al_2(SO_4)_4 \cdot 24H_2O$	S	0.1352	7.3983	K_2O	KBr	2.5268	0.3957
				K_2O	KCl	1.5830	0.6317
$K_2Al_2(SO_4)_4 \cdot 24H_2O$	SO_3	0.3375	2.9627	K_2O	$KHCO_3$	2.1256	0.4705
				K_2O	K_2CO_3	1.4672	0.6816
$K_2Al_2(SO_4)_4 \cdot 24H_2O$	K_2O	0.0993	10.072	K_2O	$KC1CrO_4$	2.0616	0.4851
K_2O	$K_2Cr_2O_7$	3.1231	0.3202	Mg	$Mg_2P_2O_7$	4.5783	0.2184
K_2O	KI	3.5246	0.2837	Mg	$MgSO_4$	4.9522	0.2019
K_2O	KNO_3	2.1466	0.4658	MgO	Cl	1.7594	0.5684
K_2O	K_2PtCl_6	5.1595	0.1938	MgO	$MgCl_2$	2.3624	0.4233
K_2O	K_2SO_4	1.8499	0.5406	MgO	$MgCO_3$	2.0920	0.4780
K_2O	Na_2O	0.6580	1.5198	MgO	$Mg(HCO_3)_2$	3.6309	0.2754
K_2O	SO_3	0.8499	1.1766	MgO	$Mg_2P_2O_7$	2.7610	0.3622
K_2PtCl_6	K_2CO_3	0.2844	3.5165	MgO	$MgSO_4$	2.9864	0.3348
K_2PtCl_6	K_2SO_4	0.3585	2.7891	MgO	Na_2SO_4	3.5242	0.2838
K_2PtCl_6	$K_2Al_2(SO_4)_4 \cdot 24H_2O$	1.9522	0.5123	MgO	S	0.7955	1.2571
K_2PtCl_6	$K_2Cr_2(SO_4)_4 \cdot 24H_2O$	2.0551	0.4866	MgO	SO_3	1.9864	0.5034
				$Mg_2P_2O_7$	$Mg(CH_3CO_2)_2$	1.2796	0.7814
				$Mg_2P_2O_7$	$MgCl_2$	0.8556	1.1688

A	B	C	D	A	B	C	D
K_2PtCl_6	Pt	0.4014	2.4912	$Mg_2P_2O_7$	$MgCl_2$	0.8556	1.1688
K_2PtCl_6	$PtCl_4$	0.6932	1.4426	$Mg_2P_2O_7$	$MgCl_2 \cdot 6H_2O$	1.8270	0.5474
K_2PtCl_6	$PtCl_4 \cdot 5H_2O$	0.8785	1.1382	$Mg_2P_2O_7$	$MgCO_3$	0.7576	1.3198
				$Mg_2P_2O_7$	$Mg(HCO_3)_2$	1.3150	0.7604
K_2SiF_6	KF	0.5275	1.8958	$Mg_2P_2O_7$	$MgSO_4$	1.0816	0.9245
K_2SiF_6	SiF_4	0.4725	2.1164	$Mg_2P_2O_7$	$MgSO_4 \cdot 7H_2O$	2.2150	0.4515
K_2SiF_6	SiO_2	0.2728	3.6660	$Mg_2P_2O_7$	NaH_2PO_4	1.0782	0.9275
				$Mg_2P_2O_7$	Na_3PO_4	1.4732	0.6788
K_2SO_4	K_2S	0.6327	1.5804	$Mg_2P_2O_7$	$Na_2HPO_4 \cdot 12H_2O$	3.2184	0.3107
K_2SO_4	SO_3	0.4594	2.1766	$Mg_2P_2O_7$	$Na_3PO_4 \cdot 12H_2O$	3.4160	0.2928
K_3AsO_4	$Mg_2As_2O_7$	0.6059	1.6506	$Mg_2P_2O_7$	Na_2HPO_4	1.2758	0.7839
La	La_2O_3	1.1727	0.8526	$Mg_2P_2O_7$	Na_2SO_4	1.2764	0.7834
Li	LiCl	6.1078	0.1637	$Mg_2P_2O_7$	$(NH_4)H_2PO_4$	1.0334	0.9674
Li	Li_2CO_3	5.3228	0.1879	$Mg_2P_2O_7$	$(NH_4)_2HPO_4$	1.1868	0.8427
				$Mg_2P_2O_7$	P	0.2784	3.5926
Li	Li_2O	2.1526	0.4646	$Mg_2P_2O_7$	P_2O_5	0.6378	1.5679
Li	Li_3PO_4	5.5609	0.1798	$MgSO_4$	$BaSO_4$	1.9391	0.5157
Li	Li_2SO_4	7.9196	0.1263	$MgSO_4$	$MgSO_4 \cdot 7H_2O$	2.0477	0.4883
LiCl	Li_2SO_4	1.2966	0.7712	$MgSO_4$	SO_3	0.6651	1.5034
LiCl	Li_2O	0.3524	2.8374	$MgSO_4 \cdot 7H_2O$	SO_3	0.3248	3.0786
Li_2O	Li_2CO_3	2.4728	0.4044	Mn	$MnCO_3$	2.0923	0.4779
Li_2O	Li_2SO_4	3.6792	0.2718	Mn	MnO	1.2912	0.7745
Li_2O	Li_3PO_4	2.5834	0.3873	Mn	MnO_2	1.5825	0.6319
Li_3PO_4	Li_2CO_3	0.9573	1.0448	Mn	Mn_2O_3	1.4368	0.6960
Li_3PO_4	$LiHCO_3$	1.7607	0.5679	Mn	Mn_{34}	1.3883	0.7203
Li_3PO_4	Li_2SO_4	1.4241	0.7022	Mn	$Mn_2P_2O_7$	2.5831	0.3872
Li_3SO_4	SO_3	0.7282	1.3732	Mn	MnS	1.5836	0.6315
Mg	MgO	1.6582	0.6031				
Mn	$KMnO_4$	2.8766	0.3476	N	NH_4Cl	3.8190	0.2618
$MnCO_3$	$Mn_2P_2O_7$	1.2345	0.8100	N	NH_4OH	2.5021	0.3997
MnO	$MnCO_3$	1.6204	0.6171	N	NH_2HSO_3	6.9316	0.1443
MnO	MnO_2	1.2255	0.8160	N	Pt	6.9642	0.1436
MnO	$MnSO_4$	2.1286	0.4698	N	SO_3	2.8579	0.3500
MnO	$Mn_2P_2O_7$	2.0005	0.4998	Na	Br	3.4756	0.2877
MnO	Mn_2O_3	1.1128	0.8986	Na	I	5.5200	0.1812
MnO	MnS	1.2264	0.8154	Na	NaBr	4.4756	0.2234
MnO	SO_3	1.1286	0.8861	Na	NaCl	2.5421	0.3934
Mn_2O_3	Mn_3O_4	0.9662	1.0350	Na	Na_2CO_3	2.3052	0.4338
Mn_2O_3	$MnSO_4$	1.9128	0.5228	Na	NaF	1.8264	0.5475
Mn_2O_3	S	0.4062	2.4622	Na	$NaHCO_3$	3.6541	0.2737
Mn_3O_4	MnO_2	1.1398	0.8773	Na	NaI	6.5200	0.1534
Mn_3O_4	K_2MnO_4	2.5845	0.3869	Na	Na_2O	1.3479	0.7418
MnS	$MnSO_4$	1.7356	0.5762	Na	NaOH	1.7398	0.5748
$MnSO_4$	SO_3	0.5302	1.8861	Na	Na_2SO_3	2.7412	0.3648
Mo	$(NH_4)_6Mo_7O_{24} \cdot 4H_2O$	1.8402	0.5434	Na	Na_2SO_4	3.0892	0.3238
Mo	MoO_3	1.5003	0.6665	$Na_2Al_2(SO_4)_4 \cdot 24H_2O$	S	0.1399	7.1471

A	B	C	D	A	B	C	D
Mo	MoS_3	2.0025	0.4994	$Na_2B_4O_7$	B_2O_3	0.6920	1.4452
Mo	$PbMoO_4$	3.8267	0.2613	$Na_2B_4O_7$	H_3BO_3	1.2292	0.8136
MoO_3	MoS_3	1.3347	0.7492	$Na_2B_4O_7 \cdot 10H_2O$	H_3BO_3	0.6484	1.5419
MoO_3	$(NH_4)_2MoO_4$	1.3618	0.7343	$Na_2B_4O_7 \cdot 10_2O$	KBF_4	1.3204	0.7573
MoO_3	$(NH_4)_3PO_4 \cdot (MoO_3)_{12}$	1.0863	0.9205				
MoO_3	$PbMoO_4$	2.5507	0.3921	NaBr	Br	0.7766	1.2877
$MoO_4 \cdot (NH_4)_2$	$PbMoO_4$	1.8730	0.5339	NaCl	$NaClO_3$	1.8213	0.5491
N	HNO_2	3.3565	0.2979	NaCl	$NaClO_4$	2.0950	0.4773
N	KNO_2	6.0759	0.1646	NaCl	Na_2CO_3	0.9068	1.1028
N	KNO_3	7.2182	0.1385	NaCl	$NaHCO_3$	1.4374	0.6957
N	$NaNO_2$	4.9259	0.2030	NaCl	Na_2HPO_4	1.2145	0.8234
N	NO	2.1423	0.4668	NaCl	$NaHSO_3$	1.7805	0.5616
N	NO_2	3.2845	0.3045	NaCl	Na_2O	0.5303	1.8857
N	N_2O_3	2.7134	0.3686	NaCl	Na_2SO_4	1.2152	0.8229
N	N_2O_4	3.2846	0.3044	NaCl	$ZnCl_2$	1.1660	0.8576
N	N_2O_5	3.8557	0.2594	Na_2CO_3	$NaCO_3$	1.3040	0.7669
N	$NaNO_3$	6.0681	0.1648	Na_2CO_3	$NaHCO_3$	1.5852	0.6308
N	NH_3	1.2159	0.8225	Na_2CO_3	$NaHSO_3$	1.9635	0.5093
				Na_2CO_3	NaOH	0.7547	1.3250
				Na_2CO_3	Na_2O	0.5848	1.7101
Na_2CrO_4	$PbCrO_4$	1.9954	0.5012	NaOH	$(NH_3)_3PO_4 \cdot (MoO_3)_{12}$	2.0397	0.4903
Na_2CrO_4	Na_2CrO_4	1.2366	0.8087	Na_2O	NaF	1.3549	0.7380
Na_2HAsO_3	$Mg_2As_2O_7$	0.9136	1.0946	Na_2O	$NaPO_3$	3.2902	0.3039
Na_2HAsO_4	$Mg_2As_2O_7$	0.8350	1.1977	Na_2O	Na_3PO_4	1.7634	0.5671
$NaHCO_3$	$KMnO_4$	0.9406	1.0632	Na_2O	Na_2S	1.2591	0.7942
$NaHCO_3$	Na	0.2737	3.6541	Na_2O	Na_2SO_3	2.0336	0.4917
$NaHCO_3$	NaH_2PO_4	1.4282	0.7002	Na_2O	Na_2SO_4	2.2917	0.4364
$NaHCO_3$	$Na_2H_2P_2O_7$	1.3210	0.7570	Na_2O	$Na_2S_2O_3$	2.5508	0.3920
$NaHCO_3$	Na_2O	0.3689	2.7108	Na_2O	$Na_2S_2O_5$	3.0671	0.3260
NaH_2PO_4	$NaH_2PO_4 \cdot 4H_2O$	1.6006	0.6248	Na_2O	$Na_4P_2O_7$	2.1451	0.4662
NaH_2PO_4	Na_2O	0.2583	3.8715	Na_2O	P_2O_5	1.1451	0.8733
NaH_2PO_4	P	0.2582	3.8735	Na_2S	CdS	1.8511	0.5402
NaH_2PO_4	P_2O_5	0.5916	1.6905	Na_2S	H_2S	0.4366	2.2902
Na_2HPO_4	$Na_2HPO_4 \cdot 12H_2O$	2.5228	0.3964	Na_2SO_3	H_2SO_3	0.6512	1.5357
Na_2HPO_4	Na_2O	0.4366	2.2904	Na_2SO_3	SO_2	0.5083	1.9675
Na_2HPO_4	$Na_4P_2O_7$	0.9366	1.0678	$Na_2SO_4 \cdot 7H_2O$	SO_2	0.2389	4.1859
Na_2HPO_4	P_2O_5	0.4999	2.0002	$Na_2S_2O_3$	$Na_2S_2O_3 \cdot 5H_2O$	1.5697	0.6370
$Na_2H_2P_2O_7$	Na_2O	0.2793	3.5809	Na_2SO_4	K_2SO_4	1.2268	0.8151
$Na_2H_2P_2O_7$	P_2O_5	0.6396	1.5636	Na_2SO_4	Na_2CO_3	0.7462	1.3401
$Na(NH_4)_4HPO_4 \cdot 4H_2O$	P_2O_5	0.3395	2.9458	Na_2SO_4	NaF	0.5912	1.6914
				Na_2SO_4	$NaHSO_4$	1.6905	0.5916
				Na_2SO_4	Na_2S	0.5494	1.8201
Na_3PO_4	Na_2O	0.5671	1.7634	Na_2SO_4	Na_2SO_3	0.8874	1.1269
Na_3PO_4	Na_2SO_4	1.2996	0.7694	Na_2SO_4	$Na_2SO_3 \cdot 7H_2O$	1.8878	0.5297
Na_3PO_4	$Na_3PO_4 \cdot 12H_2O$	2.3187	0.4313	Na_2SO_4	$Na_2SO_4 \cdot 10H_2O$	2.2683	0.4409
Na_3PO_4	P_2O_5	0.4329	2.3099	Na_2SO_4	$Na_2S_2O_5$	1.3384	0.7472

A	B	C	D	A	B	C	D
$NaHSO_3$	Na_2O	0.2978	3.3578	Na_2SO_4	SO_3	0.5636	1.7742
$NaHSO_3$	$Na_2S_2O_5$	0.9134	1.0948	$Na_2S_2O_5$	SO_2	0.6740	1.4838
$NaHSO_3$	S	0.3081	3.2457	Nb	Nb_2O_5	1.4305	0.6990
$NaHSO_3$	SO_2	0.6156	1.6244	Nb	Nb_2O_3	1.6664	0.8574
NaI	Na_2O	0.2067	4.8369	NH_3	KNO_2	4.9972	0.2001
$NaNO_3$	$NaNO_2$	0.8118	1.2319	NH_3	KNO_3	5.9366	0.1684
$NaNO_3$	Na_2O	0.3646	2.7427	NH_3	$NaNO_2$	4.0513	0.2468
$NaNO_3$	NH_3	0.2004	4.9908	NH_3	$(NH_4)_2CO_3$	2.8210	0.3545
$NaNO_3$	NO	0.3530	2.8326	NH_3	NH_4CI	3.1409	0.3184
$NaNO_3$	N_2O_5	0.6354	1.5738	NH_3	$(NH_4)_2HPO_4$	3.8771	0.2579
NaOH	Na_2O	0.7748	1.2907	NH_3	$NH_4 \cdot H_2PO_4$	6.7541	0.1481
NaOH	Na_2SiF_6	1.1754	0.8508	NH_3	NH_4OH	2.0578	0.4859
NH_3	$(NH_4)_2PtCI_6$	13.032	0.0767	N_2O_4	N	0.3045	3.2846
NH_3	$(NH_4)_2SO_4$	3.8794	0.2578	N_2O_5	HCI	0.6751	1.4812
NH_3	N_2O_5	3.1711	0.3153	N_2O_5	H_2SO_3	0.7599	1.3160
NH_3	$(NH_4)_2Al_2(SO_4)_4 \cdot 24H_2O$	26.618	0.0376	N_2O_5	NO	0.5556	1.7998
$(NH_3)_2Al_2(SO_4)_4 \cdot 24H_2O$	S	0.1414	7.0698	N_2O_5	N_2O_3	0.7037	1.4210
$(NH_3)_2Al_2(SO_4)_4$	$SO_3 \cdot 24H_2O$	0.3532	2.8312	Os	OsO_4	1.3365	0.7482
$(NH_4)_2MoO_4$	Mo	0.4895	2.0431	P	P_2O_5	2.2914	0.4364
$(NH_4)_3PO_4 \cdot (MoO_3)_{12}$	P	0.0165	60.579	P_2O_5	Ag_3PO_4	5.8977	0.1696
$(NH_4)_3PO_4 \cdot (MoO_3)_{12}$	P_2O_5	0.0378	26.438	P_2O_5	$Ca_2P_2O_7$	1.7902	0.5586
$(NH_4)_2PtCI_6$	Pt	0.4395	2.2753	P_2O_5	H_3PO_3	1.1553	0.8656
$(NH_4)_2PtCI_6$	$PtCI_6$	0.9187	1.0885	P_2O_5	$NaPO_3$	1.4366	0.6961
$(NH_4)_2SO_4$	N	0.2120	4.7168	P_2O_5	$Na(NH_4)HPO_4 \cdot 4H_2O$	2.9458	0.3395
$(NH_4)_2SO_4$	N_2O_3	0.5753	1.7383	P_2O_5	$Na_4P_2O_7$	1.8733	0.5338
Ni	$NiC_8H_{14}N_4O_4$	4.9214	0.2032	P_2O_5	$U_2P_2O_{11}$	5.0301	0.1988
Ni	$Ni(NO_3)_2 \cdot 6H_2O$	4.9533	0.2019	Pb	$Pb(C_2H_3O_2)_2$	1.5699	0.6370
Ni	NiO	1.2725	0.7858	Pb	$PbCI_2$	1.3422	0.7450
Ni	$NiSO_4$	2.6361	0.3793	Pb	$PbCO_3$	1.2896	0.7754
Ni	$NiSO_4 \cdot 7H_2O$	4.7841	0.2090	Pb	$(PbCO_3)_2Pb(OH)_2$	1.2478	0.8014
NiO	$NiC_8H_{14}N_4O_4$	3.8674	0.2586	Pb	$PbCrO_4$	1.5598	0.6411
NiO	$NiSO_4$	2.0716	0.4827	Pb	$PbMoO_4$	1.7719	0.5644
$NiSO_4$	$NiSO_4 \cdot 7H_2O$	1.8148	0.5510	Pb	$Pb(NO_3)_2$	1.5985	0.6256
NO	KNO_2	2.8362	0.3526	Pb	$PbMoO_4$	1.7719	0.5644
NO	$NaNO_2$	2.2994	0.4349	Pb	$Pb(NO_3)_2$	1.5985	0.6256
N_2O_3	NCI	0.9594	1.0424	Pb	PbO	1.0772	0.9283
N_2O_3	HNO_3	1.6580	0.6031	Pb	PbO_2	1.1544	0.8662
N_2O_3	H_2SO_3	1.0798	0.9261	Pb	$Pb(OH)_2$	1.1642	0.8590
N_2O_3	KNO_2	2.2392	0.4466	Pb	PbS	1.1547	0.8660
N_2O_3	$NaNO_2$	1.8154	0.5508	Pb	$PbSO_4$	1.4636	0.6832
N_2O_3	NO	0.7895	1.2666	Pb	S	1.1547	6.4629
N_2O_3	N_2O_4	1.2105	0.8261	$PbCrO_4$	$K_2Cr_2O_7$	0.4551	2.1972
N_2O_4	HCI	0.7925	1.2618	$PbCrO_4$	$Pb(C_2H_3O_2)_2 \cdot 3H_2O$	1.1737	0.8520
				$PbCrO_4$	$(PbCO_3)_2 \cdot Pb(OH)_2$	0.8000	1.2500

A	B	C	D
N_2O_4	H_2SO_3	0.8920	1.1211
PbO	$PbCl_2$	1.2460	0.8026
PbO	$PbCO_3$	1.1972	0.8353
PbO	$Pb(NO_3)_2$	1.4839	0.6739
PbO	$PbSO_4$	1.3587	0.7360
PbS	PbO	0.9329	1.0720
PbS	S	0.1340	7.4629
$PbSO_4$	$Pb(C_2H_3O_2)_2 \cdot 3H_2O$	1.2509	0.7994
$PbSO_4$	$(PbCO_3)_2 \cdot Pb(OH)_2$	0.8526	1.1729
$PbSO_4$	PbO_2	0.7888	1.2678
$PbSO_4$	Pb_3O_4	0.7536	1.3270
$PbSO_4$	PbS	0.7890	1.2675
$PbSO_4$	SO_3	0.2640	3.7880
Pb	K_2PbCl_6	3.7342	0.2678
Pb	$PbCl_2 \cdot 2H_2O$	2.0050	0.4987
Pb	PbI_2	3.3854	0.2954
Pb	$Pb(NO_3)_2$	2.1655	0.4618
PbI_2	IO_3	0.9711	1.0297
Pt	$PtCl_4$	1.7269	0.5791
Pt	$PtCl_4 \cdot 5H_2O$	2.1886	0.4569
Pt	$H_2PtCl_6 \cdot 6H_2O$	2.6547	0.3767
$PtCl_4$	$(NH_4)_2PtCl_6$	1.3175	0.7590
Pr	Pr_2O_3	1.1703	0.8545
Rh	Na_3RhCl_6	3.7373	0.2676
Rh	$RhCl_3$	2.0336	0.4917
Rb	AgCl	1.6769	0.5963
Rb	Rb_2CO_3	1.3511	0.7402
Rb	Rb_2O	1.0936	0.9144
Rb	Rb_2SO_4	1.5620	0.6402
Rb	Rb_2PtCl_6	3.3857	0.2954
RbCl	AgCl	1.1852	0.8437
Rb_2CO_3	$RbHCO_3$	1.2688	0.7883
Rb_2O	RbCl	1.2937	0.7730
Rb_2O	Rb_2SO_4	1.4288	0.7001
Rb_2PtCl_6	RbCl	0.4179	2.3931
Rb_2PtCl_6	Rb_2CO_3	0.3990	2.5060
Sn	$SnCl_4$	2.1948	0.4556
Sn	SnO	1.1348	0.8812
Sn	SnO_2	1.2697	0.7876
$SnCl_2$	HCl	0.3846	2.6000

A	B	C	D
$H_2SO_4CrO_4$	PbO	0.6906	1.4480
$PbCrO_4$	Pb_2O_4	0.7401	1.3512
$PbCrO_4$	$PbSO_4$	0.9383	1.0657
Rb_2PtCl_6	$RbHCO_3$	0.5062	1.9754
Rb_2PtCl_6	Rb_2O	0.3230	3.0960
S	BaS	5.2838	0.1893
S	$BaSO_3$	6.7810	0.1475
S	BaS_2O_3	3.8905	0.2570
S	$BaS_2O_3 \cdot H_2O$	4.1714	0.2397
S	$BaSO_4 \cdot H_2O$	2.2114	0.4522
S	SO_2	1.9981	0.5005
S	SO_3	2.4971	0.4005
S_3	BaS	1.7613	0.5678
S_4	BaS	1.3210	0.7570
SO_2	SO_3	1.2498	0.8002
SO_3	Al_2O_3	0.4245	2.3555
SO_3	Na_2SO_4	1.7742	0.5636
SO_3	$ZnSO_4$	2.0165	0.4959
$SO_3 \cdot HCl$	HCl	0.3129	3.1957
Sb	$SbCl_3$	1.8736	0.5337
Sb	Sb_2O_3	1.1971	0.8353
Sb	Sb_2O_5	1.3285	0.7527
Sb	Sb_2S_3	1.3950	0.7168
Sb	Sb_2O_4	1.2628	0.7919
Sb_2O_3	Sb_2O_5	1.1098	0.9011
Sb_2S_3	$SbCl_3$	1.3431	0.7446
Se	H_2SeO_3	1.6334	0.6122
Se	H_2SeO_4	1.8360	0.5447
Se	SeO_2	1.4053	0.7116
Se	SeO_3	1.6079	0.6219
Si	SiO_2	2.1398	0.4674
Si	SiO_3	2.7090	0.3691
Si	SiO_4	3.2786	0.3050
SiO_2	H_2SiO_3	1.2998	0.7693
SiO_2	Na_2SiO_3	2.0315	0.4922
SiO_2	SiF_4	1.7322	0.5773
SiO_2	SO_3	2.6648	0.3752
SiO_2	$Si(OH)_4$	1.5997	0.6251
SiO_2	$ZnSiO_3$	2.3544	0.4247
Sn	Cl	0.5974	1.6739
Sn	$SnCl_2$	1.5974	0.6260
Sn	$SnCl_2 \cdot 2H_2O$	1.9010	0.5260
Tl_2PtCl_6	TlCl	0.5874	1.7024
Tl_2PtCl_6	Tl_CO_3	0.5741	1.7420
Tl_2PtCl_6	TlI	0.8114	1.2324
Tl_2PtCl_6	$TlNO_3$	0.6524	1.5327

A	B	C	D	A	B	C	D
$SnCl_2$	Fe_2O_3	0.8423	1.1873	Tl_2PtCl_6	Tl_2O	0.5202	1.9225
$SnCl_2$	$SnCl_2 \cdot 2H_2O$	1.1900	0.8403	Tl_2PtCl_6	Tl_2SO_4	0.6182	1.6176
SnO_2	$SnCl_2 \cdot 2H_2O$	1.4973	0.6679	Tl_2SO_4	Tl	0.8098	1.2350
SnO_2	$SnCl_4$	1.7287	0.5785	U	UO_2	1.1344	0.8815
SnO_2	$SnCl_4 \cdot (NH_4Cl)_2$	2.4387	0.4101	U	U_3O_8	1.1792	0.8480
SnO_2	SnO	0.8938	1.1188	U_3O_8	UO_2	0.9620	1.0395
Sr	$SrCO_3$	1.6849	0.5935	U_3O_8	$UO_2(NO_3)2 \cdot 6H_2O$	1.7889	0.5590
Sr	SrO	1.1826	0.8456	$U_2P_2O_{11}$	U	0.6667	1.4998
Sr	$SrSO_4$	2.0963	0.4770	$U_2P_2O_{11}$	UO_2	0.7564	1.3221
SrO	$SrCl_2$	1.5299	0.6536	V	NH_4VO_3	2.2963	0.4355
$SrSO_4$	SO_3	0.4359	2.2943	V	V_2O_2	1.3141	0.7610
Ta	$TaCl_5$	1.9741	0.5066	V	V_2O_3	1.4711	0.6798
Ta	Ta_2O_5	1.2210	0.8190	V	V_2O_4	1.6282	0.6142
Te	H_2TeO_4	1.5173	0.6590	V	V_2O_5	1.7852	0.5602
Te	$H_2TeO_4 \cdot 2H_2O$	1.7997	0.5556	V_2O_5	NH_4VO_3	1.2863	0.7774
Te	TeO_2	1.2508	0.7995	V_2O_5	VO_4	1.2639	0.7912
Te	TeO_3	1.3762	0.7267	Y	Y_2O_3	1.2699	0.7874
Th	ThO_2	1.1379	0.8788	Yb	Yb_2O_3	1.1387	0.8782
ThO_2	$ThCl_4$	1.4159	0.7063	W	Na_2WO_4	1.5438	0.6478
ThO_2	$Th(NO_3)_4 \cdot 6H_2O$	2.2275	0.4489	W	$Na_2WO_4 \cdot 2H_2O$	1.7942	0.5574
Ti	TiO_2	1.6680	0.5995	W	$PbWO_4$	2.4751	0.4040
Ti	Fe	1.1659	0.8577	W	WO_2	1.1740	0.8518
Ti	K_2TiF_6	5.0122	0.1995	W	WO_3	1.2611	0.7930
Ti	Zn	0.6825	1.4653	WO_3	$PbWO_4$	1.9627	0.5095
TiO_2	K_2TiF_6	3.0015	0.3332	Zn	SO_3	1.2245	0.8167
Tl	TlCl	1.1735	0.8522	Zn	$ZnCl_2$	2.0845	0.4797
Tl	Tl_2CO_3	1.1468	0.8720	Zn	$ZnHg(CNS)_4$	7.6213	0.1312
Tl	TlI	1.6210	0.6169	Zn	ZnO	1.2447	0.8034
Tl	$TlNO_3$	1.3034	0.7672	Zn	$Zn_2P_2O_7$	2.3302	0.4291
Tl	Tl_2O	1.0391	0.9623	Zn	ZnⅡ 1.4904	0.6710	
Tl	Tl_2CrO_4	1.2833	0.7789	ZnO	SO_3	0.9838	1.0165
Tl	$TlHSO_4$	1.4749	0.6780				
Tl	Tl_2PtCl_6	1.9977	0.5006				
ZnO	$ZnCl_2$	1.6747	0.5971	ZnS	$ZnSO_4 \cdot 7H_2O$	2.9510	0.3389
ZnO	$ZnCO_3$	1.5408	0.6490	Zr	ZrO_2	1.3508	0.7403
ZnO	ZnS	1.1974	0.8352				
ZnO	$ZnSO_4$	1.9838	0.5041				
ZnO	$ZnSO_4 \cdot 7H_2O$	3.5334	0.2830				

附录 8　有机试剂简称与中文名称对照表

简　称	中　文　名　称
AA	乙酰丙酮
ACB（VC）	抗坏血酸
ADA	邻苯甲内酰胺二乙酸
APDC	吡咯烷二硫代氨基甲酸铵
ATA	氨三乙酸
BAL	2，3-二巯基丙醇
BAMBP	4-仲丁基-2-（a-甲苄基）酚
BCMDTC	双羧甲基二硫代甲酸盐
BCO	双环己酮草酰二腙
BHEDTC	双（2-羧乙基）二硫代甲酸盐
BPHA	N-苯甲酰苯基羟胺（钽试剂）
Cit	柠檬酸
CMMSA	羧甲基巯基丁二酸
CYDTA	1，2-环乙二胺四乙酸
DDDC	二乙胺基二乙基二硫代甲酸铵
DDTC	二乙基二硫代氨基甲酸盐（铜试剂）
DHG	N，N′-二（2-羧乙基）甘氨酸
DMF	N，N-二甲基甲酰胺
DMG	丁二酮肟
DMPA	2，3-二巯基丙酸
DMPAP	2-（2-吡啶偶氮）-5-二甲氨基酚
DMSA	二巯基琥珀酸
DTCPA	氨荒丙酸
DTPA	二乙基三氨五乙酸
EDTA	乙二胺四乙酸
EDTP	乙二胺四丙酸
EGTA	乙二醇二乙醚二胺四乙酸
En	乙二胺
Ex	乙黄原酸盐
HAC	乙　　酸
HAA	乙酰丙酮
HBA	苯甲酰丙酮
HCUP	亚硝基苯甲胺（铜铁试剂）
H_2D_2	双硫腙（铅试剂）
HDBDTP	二丁基二硫代磷酸
HDBTP	二丁基单硫代磷酸
HDBP	二丁基磷酸
HDEHP	二（2-乙基已基）磷酸
HEDTA	N-羟乙基乙二胺三乙酸
Hox	8-羟基喹啉
HTTA	噻吩甲酰三氟丙酮
HTOX	8-羟基喹啉
HQSA	8-羟基喹啉-5-磺酸
HBLOAB	嗅化甲基苄基十二烷基辛基铵
MIBK	甲基异丁酮

简　称	中　文　名　称
MX	紫尿酸氨
NTA	氨三乙酸
PADA	对氨基二甲苯胺
PAN	1-（2-吡啶偶氮）-2-苯酚
PAR	4-（2-吡啶偶氮）间苯二酚
PMBP	1-苯基-3-甲基-4-苯甲酰-5-吡唑酮
PV	邻苯二酚紫
SS	磺基水杨酸
STTA	硫代噻吩甲酰三氯丙酮
TAA	三氯乙酰丙酮
Tart	酒石酸
TBP	磷酸三丁酯
TCA	氨荒乙酸
TBPO	三丁基氧化磷（氧化三丁基膦）
TBPP	焦磷酸四丁酯
TEA	三乙醇铵
TEPP	焦磷酸四乙酯
Tetren	四乙撑五铵
TGA	巯基乙酸
TNB	2，4，6-三硝基甲苯
TOPO	三（正）辛基氧化膦
TPA	对苯三甲酸
TPB	溴化十四烷基吡啶
Trien	三乙撑四铵
TSC	氨基硫脲
TTA	噻吩甲酰三氟丙酮
TPP	三苯磷
TOA	三正丁胺（三辛胺）
Tu	硫　　脲
Zeph	氯化十四烷基二甲基苄基铵

附录 9　各种酸浓度的换算表

表 1　盐酸（HCl）

单位	物质的量浓度 mol/L	克分子浓度 M	当量浓度 N	百分浓度 %（V/V）	配制方法 取 HCl/mL	加 H_2O/mL
mol/L	1	1	1	8.3	8.3	稀至 100
M	1	1	1	8.3	8.3	稀至 100
N	1	1	1	8.3	8.3	稀至 100
%（V/V）	0.12	0.12	0.12	1	1	稀至 100

表 2　硫酸（H_2SO_4）

单位	物质的量浓度 mol/L	克分子浓度 M	当量浓度 N	百分浓度 %（V/V）	配制方法 取 H_2SO_4/mL	加 H_2O/mL
mol/L	1	1	2	5.6	5.6	稀至 100
M	1	1	2	5.6	5.6	稀至 100
N	0.5	0.5	1	2.8	2.8	稀至 100
%（V/V）	0.18	0.18	0.35	1	1	稀至 100

表 3　硝酸（HNO_3）

单位	物质的量浓度 mol/L	克分子浓度 M	当量浓度 N	百分浓度 %（V/V）	配制方法 取 HNO_3/mL	加 H_2O/mL
mol/L	1	1	1	7.1	7.1	稀至 100
M	1	1	1	7.1	7.1	稀至 100
N	1	1	1	7.1	7.1	稀至 100
%（V/V）	0.14	0.14	0.14	1	1	稀至 100

表 4　磷酸（H_3PO_4）

单位	物质的量浓度 mol/L	克分子浓度 M	当量浓度 N	百分浓度 g（V/V）	配制方法 取 H_3PO_4/mL	加 H_2O/mL
mol/L	1	1	3	5.6	5.6	稀至 100
M	1	1	3	5.6	5.6	稀至 100
N	0.33	0.33	1	1.9	1.9	稀至 100
%（V/V）	0.18	0.18	0.53	1	1	稀至 100

表 5　氢氟酸（HF）

单位	物质的量浓度 mol/L	克分子浓度 M	当量浓度 N	百分浓度 %（V/V）	配制方法 取 HF/mL	加 H_2O/mL
mol/L	1	1	1	4.4	4.4	稀至 100
M	1	1	1	4.4	4.4	稀至 100
N	1	1	1	4.4	4.4	稀至 100
%（V/V）	0.23	0.23	0.23	1	1	稀至 100

表 6　乙酸（HAc）

单位	物质的量浓度 mol/L	克分子浓度 M	当量浓度 N	百分浓度 %（V/V）	配制方法 取 HAc/mL	加 H_2O/mL
mol/L	1	1	1	5.9	5.9	稀至 100
M	1	1	1	5.9	5.9	稀至 100
N	1	1	1	5.9	5.9	稀至 100
%（V/V）	0.17	0.17	0.17	1	1	稀至 100

表 7　高氯酸（$HClO_4$）

单位	物质的量浓度 mol/L	克分子浓度 M	当量浓度 N	百分浓度 %（V/V）	配制方法 取 $HClO_4$/mL	加 H_2O/mL
mol/L	1	1	1	9.1	9.1	稀至 100
M	1	1	1	9.1	9.1	稀至 100
N	1	1	1	9.1	9.1	稀至 100
%（V/V）	0.11	0.11	0.11	1	1	稀至 100

表 8　氨水（$NH_3 \cdot H_2O$）

单位	物质的量浓度 mol/L	克分子浓度 M	当量浓度 N	百分浓度 %（V/V）	配制方法 取 HCl_4/mL	加 H_2O/mL
mol/L	1	1	1	7.1	7.1	稀至 100
M	1	1	1	7.1	7.1	稀至 100
N	1	1	1	7.1	7.1	稀至 100
%（V/V）	0.14	0.14	0.14	1	1	稀至 100

表 9　过氧化氢（H_2O_2）

单位	物质的量浓度 mol/L	克分子浓度 M	当量浓度 N	百分浓度 %（V/V）	配制方法 取 H_2O_4/mL	加 H_2O/mL
mol/L	1	1	1	10	10	稀至 100
M	1	1	1	10	10	稀至 100
N	1	1	1	10	10	稀至 100
%（V/V）	0.10	0.10	0.10	1	1	稀至 100

表 10　氢溴酸（HBr）

单位	物质的量浓度 mol/L	克分子浓度 M	当量浓度 N	百分浓度 %（V/V）	配制方法 取 HBr/mL	加 H_2O/mL
mol/L	1	1	1	11.1	11.1	稀至 100
M	1	1	1	11.1	11.1	稀至 100
N	1	1	1	11.1	11.1	稀至 100
%（V/V）	0.09	0.09	0.09	1	1	稀至 100

表 11　氢碘酸（HI）

单位	物质的量浓度 mol/L	克分子浓度 M	当量浓度 N	百分浓度 g（V/V）	配制方法 取 HI/mL	加 H_2O/mL
mol/L	1	1	1	20	20	稀至 100
M	1	1	1	20	20	稀至 100
N	1	1	1	20	20	稀至 100
%（V/V）	0.05	0.05	0.05	1	1	稀至 100

表 12　氢氧化钾溶液（KOH）

单位	物质的量浓度 mol/L	克分子浓度 M	当量浓度 N	百分浓度 %（V/V）	质量浓度 g/L	配制方法 取 KOH/g	加 H_2O/mL
mol/L	1	1	1	5.6	56	5.6	稀至 100
M	1	1	1	5.6	56	5.6	稀至 100
N	1	1	1	5.6	56	5.6	稀至 100
%（V/V）	0.18	0.18	0.18	1	10	1	稀至 100
g/L	0.18	0.18	0.18	0.10	1	1	稀至 100

表 13　氢氧化钠溶液（NaOH）

单位	物质的量浓度 mol/L	克分子浓度 M	当量浓度 N	百分浓度 %（V/V）	质量浓度 g/L	配制方法 取 NaOH/g	配制方法 加 H_2O/mL
mol/L	1	1	1	4.0	40	4.0	稀至 100
M	1	1	1	4.0	40	4.0	稀至 100
N	1	1	1	4.0	40	4.0	稀至 100
%（V/V）	0.25	0.25	0.25	1	10	1	稀至 100
g/L	0.25	0.25	0.25	0.10	1	1	稀至 100

表 14　草酸（$H_2C_2O_4 \cdot 2H_2O$）溶液

单位	物质的量浓度 mol/L	克分子浓度 M	当量浓度 N	百分浓度 %（V/V）	质量浓度 g/L	配制方法 取 $H_2C_2O_4 \cdot 2H_2O$/g	配制方法 加 H_2O/mL
mol/L	1	1	2	12.6	126	12.6	稀至 100
M	1	1	2	12.6	126	12.6	稀至 100
N	0.5	0.5	1	6.3	63	6.3	稀至 100
%（V/V）	0.079	0.079	0.16	1	10	1	稀至 100
g/L	0.079	0.079	0.16	0.10	1	1	稀至 100

注：表 1～14 中物质的量浓度 C_B 均表示基本单元为 B 物质的化学式的浓度，如 C（HCl）= 11.65mol/L。

附录 10　试剂的规格

我国化学试剂规格，根据化学工业部部颁标准 HG3 * 2 - 119 - 64 规定，可分为下列三级：

(1) 优级纯

一级试剂，标签绿色。杂质含量很低，主要用于精密科学研究和分析工作。相当于进口试剂“G.R.”（保证试剂）、“E.Morck”（西德），“X.ч”（化学纯，苏联）、“特级”（日本）等。

(2) 分析纯

二级试剂，标签红色。杂质含量低，主要适用于一般的科学研究和分析工作。相当于进口试剂“A.R”（分析试剂），“ч.д.а.”（分析纯、苏联）等。

(3) 化学纯

三级试剂，标签为蓝色，这类试剂的质量略低于分析纯试剂，用于一般的工业分析，相当于进口试剂“C.P”（化学纯）、“ч”（纯，苏联）、“一级”（日本）等。

·日本特级试剂介于我国优级纯和分析纯试剂之间。

附录 11　各种溶剂分解试样种类

溶　剂	分解试样
H_2O①	碱金属盐，碱土金属盐，铵盐，硝酸盐，卤化物
HCl（浓）	MnO_2，PbO_2，锑合金，锡合金，钌石，黄铅矿，方铅矿，含氟稀土碳酸盐矿
HNO_3（稀）	银合金，镉合金，铅合金，汞合金，铜化合物，含磷矿石及合金
HNO_3（浓）③	天然银，硫化物，砷、磅化合物，汞、硒、银合金、铋合金、钴合金，镍合全，钡合金，锌合金，铋、镉、铜、铅、锡等的硫化矿，镍矿石，辉水铜矿
HF	铌、钽、钛、锆等金属，Nb_2O_5
HI	汞的硫化矿，钡、钙、铬、铅、锶等的硫酸盐，萤石
HCl（稀）②	Al、Bc、Co、Cr、Fc、Mg、Mn、Ni等金属，铝合金，硅铁，含钴，铬钢、含硼试样，碱金属，碱土金属为主的矿物（白云石，菱苦土矿），菱铁矿，碳酸盐矿
$HClO_4$	镍－铬合金，不锈钢，汞的硫化矿，方解石，白云石，菱镁矿，独居石
H_3PO_4	铀的混合氧化物，铬铁矿，刚石，金红石，硅酸盐矿，独居石，磷钇矿
王水	金、钼、钯、铂、钨等全属，铋、铜、铁、铅、锑等硫化矿，辉水铅矿，各种金属的砷化合物矿，镍、硒、碲、铊、钒、钨钼的矿物，辰砂，铀的氧化物，萤石，天然硫酸盐矿
逆王水	黄铁矿，闪锌矿、磷矿
$HNO_3 + H_2SO_4$	天然银，天然汞，金属钼，锰铁，锰钢，锗硫化矿，磷酸盐，含铀氧化矿
$HCl + SnCl_2$	磁铁矿，赤铁矿等氧化物矿石
$AlCl_2$（或 $BeCl_2$）	氟化钙
酒石酸 + 无机酸	锑合金
草酸	五氧化二铌
HNO_3（发烟）	硫化物矿，砷化合物
H_2SO_4（稀）	铍，氧化铍，铬、铬钢，铝、镁、锌等的合金
H_2SO_4（浓）	砷、钼、铌、铼、锑等金属，砷，锑合金，稀土矿，硫化物矿，硫砷化物矿，萤石，冰晶石，钇氟石，铈钇矿
$H_2SO_4 + K_2SO_4$（Na_2SO_4）	锰矿、闪锌矿，磁铁矿
$H_2SO_4 + (NH_4)SO_4$，	铌钽酸盐矿，金红石，锐钛矿，钙钛矿
	榍石，方钍石，锆英石
$HNO_3 + HClO_4$	硫化矿，方铅矿
HNO_3 + 酒石酸	方铅矿，闪锌矿、辉锑矿
HNO_3 + 硼酸	磷酸盐
$H_2SO_4 + HNO_3 + HCl$	含硅高的铝合金及矿物
$HF + H_2SO_4$	硅酸盐，钛矿，高温处理过的 BeO
$HF + HNO_3$	锆、钼、铌、钽、钍、钛、钨，锆等金属及氧化物，硼化物，氮化物，碳化物，钨铁，锰事金，铀合金，含硅合金或矿物
$NaF + H_2SO_4$	稀土矿
$HNO_3 + Br_2$	砷化合物矿，硫化矿
$HNO_3 + H_2O_2$	自然汞
$HCl + KClO_3$	含砷、硒、碲矿物，硫化矿
$HNO_3 + KClO_3$	砷化合物矿，锑的硫化矿，自然汞
$H_2SO_4 + HClO_4$	金属镓，铬尖晶石等铬矿石
$H_3PO_4 + H_2O_2$	锰矿石
$H_2PO_4 + H_2SO_4$	富铁矿，电气石，石榴石，闪石
EDTA	硫酸钡，硫酸铅
NaOH（KOH）	三氧化钼，三氧化钨等酸性氧化物，铝、锌等金属、合金
NH_3H_2O	三氧化钼，三氧化钨等酸性氧化物
NH_4AC	硫酸铅
KCN	氯化银，溴化银

注：①混浊时加少量酸；
②氯化钠在 220～280 毫微米有严重分子吸收，分析镉、镍、汞等时不宜用该溶剂。还应注意砷、碲、锡等元素以氢化物或氯化物形式挥发损失；
③会使过渡金属表面钝化。

附录 12　各种熔剂分解试样种类

熔　剂	分　解　试　样
Na_2CO_3（K_2CO_3）	铌、钽，钛、锆等氧化物，铍、铁、镁、锰、铝矿、重晶石，硅酸盐，辉石族矿物，电气石，红柱石，兰晶石，独居石，磷钇矿
$Na_2CO_3K_2CO_3$（2 + 1）	钒合金，铝、含碱土元素矿，氟化物，硅酸盐
$Na_2CO_3 + Na_2B_4O_7$	锆英石，磷酸盐矿，硅酸盐矿，铬铁矿，刚玉，铝土矿，钛铁矿，尖晶石
$Na_2CO_3 + B_2O_3 + K_2CO_3$（1 + 1 + 1）	铬铁矿，钛矿，铝硅酸盐矿
$MgO + Na_2CO_3$(或 K_2CO_3)(4 + 1)	铬铁矿
$KHSO_4$（$NaHSO_4$）（$K_2S_2O_7$，$Na_2S_2O_7$）	铝、铍、铁、镓、铟、钽、钛，锆等氧化物，铬铁矿，锰矿，含稀土多的矿石、炉碴、磷灰岩，铑系金属
KHF_2	独居石等稀土矿，绿柱石、红柱石等硅酸盐矿，锆英石，铌钽矿，铬铁矿，金绿宝石等氧化矿物，含钍岩石
$NH_4NO_3 + NH_4Cl$	黄铁矿，闪锌矿等硫化物矿，碳酸盐
NH_4I	锡石
NaOH + KCN (3 + 0.1)	锡石
$Na_2CO_3 + S$（4 + 3）	银、砷、锗、汞、铌、锑、锡的硫化物锡、锑氧化物
NaOH	氧化锑矿，铬、锡、锌、锆等矿石，两性元素氧化物，硫化物，硫化矿，硫酸盐、独居石、磷钇矿，钛铁矿，磁铁矿
$CaCO_3 + NH_4Cl$ (3 + 1)	硅酸盐矿物
KOH	金刚砂，刚玉，铝土矿，铌酸盐，钽酸盐
$Na_2B_4O_7$	铝、铁、钴、铌、钽、锆等氧化性矿物，云母，电气石等硅酸盐
$LiBO_2$	硅酸盐，氧化铝，铬铁矿，钛铁矿
B_2O_2	难溶硅酸盐，红柱石，硅线石，多数氧化物
Na_2O_2	铬、钼、铌、镍、铼、锑、锡、钽、钒、铀，钨等矿，锡石，独居石，硅铁，硫化物矿，砷化物矿，饿、钌系金属，铬合金，锆氧化物
$NaOH + Na_2O_2$ (2 + 5)	铂族合金，钒合金，铬矿，锰矿，闪锌矿
Na_2CO_3（K_2CO_3）+ Na_2O_2	砷矿，铬矿，硅铁，硫化物矿
$Na_2CO_3 + KNO_2$（$NaNO_3$)(4 + 1)	钒合金，铬矿，铬铁矿，钼矿，闪锌矿，含硒，碲矿

附录 13　各种金属及合金的分解溶（熔）剂

试　样	分解溶（熔）剂
银	HNO_3（1+1），$HCl + HNO_3$（3+1）
铝	HCl（1+1），$HCl + H_2O_2$，$HCl + HNO_3 + H_2O$（3+2+8），HNO_2（1+1），H_2SO_4（1+9~1+1），NaOH（20%），NH4OH
铝钒合金	$HCl + H_2O_2$
铝锡合金	HNO_3，HF
砷	HNO_3，$HCl + HNO_3$（2+1），$HNO_3 + HCl$（3+1），$HBr + Br_2$，$H_2SO_4 + HNO_3 + HCl$（1+2+2）
砷化镓	$HCl + HNO_3$（3+1）
金	$HCl + HNO_3$（3+1）
硼	$HNO_3 + HF + HClO_4$，Na_2CO_3，$K_2S_2O_3$
铍	H_2SO_4（1+1），HCl（1+1），$HNO_3 + HCl$，NaOH（30%）
镉②	HNO_3（1+1），HCl（3+1），$HCl + HNO_3$（6+1）
钴	HNO_3（3+2）
钴合金	HNO_3，HCl，HF
铬③	HCl（1+5），H_2SO_4（1+5），$HClO_4$
铜及合金	HNO_3（1+1），H_2SO_4（1+1），$HCl + H_2O_2$，$HCl + HNO_3 + H_2O$（2+1+2），$HNO_3 + H_2SO_4 + H_2O$（7+10+25），$HNO_3 + H_2SO_4 + H_3PO_4 + H_2O$（5+3+3+9），$HBr + Br_2$（9+1）（含锡高的铜合金）$HNO_3$（1+1）+ $HF + H_2SO_4$（含硅高的铜合金）
铬　铁	H_2PO_4，H_2SO_4（1+5），$H_2SO_4 + H_2PO_4 + H_2O$（1+1+5），$Na_2CO_2 + Na_2O_2$（1+1），$K_2CO_2 + Na_2O_2$（5+1）
钨　铁	$H_2SO_4 + H_3PO_4$，HNO_3（1+1）+ HF，$H_2CO_3 + Na_2O_2$（2+1）
钛　铁	HCl（1+3），$HCl + H_2SO_4 + H_2O$（1+2+4）$HCl + HNO_3 + H_2SO_4 + H_2O$（2+1+1+1）

试　样	分解溶（熔）剂
铁	HNO_3(1+1)，$HCl + HNO_3$(3+1)，HCl
普通钢	HCl(1+1)，HNO_3(1+1)，H_2SO_4(1+5~9)
含铬、镍合金钢	H_2SO_4（1+5），$HCl + HNO_3$（3+1），$HCl + HNO_3 + HClO_4$
含钼、钨合金钢	H_2SO_4(1+5)，HCl(1+1)，$HCl + HNO_3$(3+1)，$HClO_4$　H_2SO_4(1+9) + H_3PO_4(1+3)
其他高合金　钢	HCl（1+1），H_2SO_4（1+1~9），$HClO_4$，$HCl + HNO_3$（3+1）
硅　铁	$HNO_3 + HF$，$Na_2CO_3 + K_2CO_3$（4+1），$K_2CO_3 + Na_2O_2$（5+1）
锰　铁	HNO_3，$HNO_3 + HClO_4$（1+2），$HNO_3 + H_2SO_4 + H_2PO_4 + H_2O$（10+4+5+20），$HNO_2 + H_2SO_4 + H_2O$（2+1+1），$K_2CO_3 + Na_2O_2$（5+1）
硅锰铁	$HNO_3 + HF$（滴加），$Na_2CO_3 + K_2CO_3$（4+1），$K_2CO_3 + Na_2O_2$（5+1），
镍　铁	HNO_3（1+1），$HNO_3 + HClO_4$（1+2）
磷　铁	H_2SO_4，$HNO_3 + HF$（滴加）
铌　铁	$HF + HNO_3$（滴加）
镓	HCl（1+1），$HCl + HNO_3$（5+1）
锗	$HCl + HNO_3$，$NaOH + H_2O_2$，$H_2C_2O_4 + H_2O_2$
铟	HCl（1+1），HNO_3（1+1），HBr，H_2SO_4，$HCl + HNO_2$（25+1）
钾⑤	H_2O，乙醇
镧	HNO_3
锂④	H_2O
镁	HCl（1+1），HNO_3（1+1），H_2SO_4（1+4），H_3PO_4（1+5），H_2BO_2（饱和）
锰	HCl
钼	HNO_3，H_2SO_4
钠⑤	H_2O，乙醇
铌	$HF + HNO_2$，$H_2SO_4 + KHSO_4$，$H_2SO_4 + HF + H_2O_2$

试　样	分解溶（熔）剂
钼　铁	HNO_3（1+1），H_2SO_4（1+10）+ H_2O_2，$Na_2CO_2 + Na_2O_2$（1+1）
钒　铁	HNO_3（1+1），$HCl + HNO_3$
镍	HNO_3（1+1），H_2SO_4（1+1），HCl，$HClO_4$，$HNO_3 + HF$
镍铬合金	$HCl + HNO_3$（3+1），$HClO_4$，H_2SO_4，H_3PO_4 $NaOH + NaCO_2$，Na_2O_2
铅	HNO_2（1+3）
铅锡合金	$HNO_3 + HF$，$HCl + HNO_3$（1+1），HCl（1+1）+ H_2O_2，$H_2SO_4 + K_2SO_4$，$HBr + Br_2$（9+1）
钯	$HCl + HNO_3$（3+1），HNO_3，H_2SO_4，HF
铂	$HCl + HNO_3$（3+1），HF
铼	HNO_3，HNO_3（1+1）+ $HClO_4 + H_2O$（1+1+1）
铼钨合金	$NH_3 \cdot H_2O$ + 柠檬酸 + H_2O_2
铼钼合金	$NH_2 \cdot H_2O + H_2O_2$
铑	$NaOH + Na_2CO_2$，Na_2O_2
锑	$HCl + HNO_3$（3+1），H_2SO_4（1+1），HCl（1+1），$KClO_3 + HCl$
氧化钇	$HCl + HClO_4$

试　样	分解溶（熔）剂
硒	HNO_3，$HCl + HNO_3$（3+1）
硅	$HF + HNO_3$，$HF + H_2O_2$，NaOH
锡	HCl，H_2SO_4，$HCl + HNO_3$（3+1）
锡铅焊剂	HBF_4 + 70% $HNO_2 + H_2O$（2+3+5）
钽	$HF + HNO_3$，$HF + H_2SO_4 + H_2O_2$，$H_2SO_4 + KHSO_4$
钍	$HF + HNO_3$，$HF + HCl$
钛	HCl（1+1），HF，H_3BO_2，H_2SO_4（1+4）
二氧化钛	$K_2S_2O_7$，$H_2SO_4 + (NH)_4SO_4$
钛合金	$HF + H_2O_2$，H_2SO_4（1+1）+ HNO_3（几滴），$HCl + HNO_2$
铀	HCl（+1）+ H_2O_2，HNO_3（1+1），$HClO_4 + HBr$（3+1），HCl（1+1）+ $KClO_3$
钒	HF，HNO_2，$HCl + HNO_3$（3+1）
钨	H_2O_2，$HNO_3 + HF$，Na_2CO_3，$KHSO_4$
钇	HCl
锌	HNO_3（1+1），$HCl + HNO_3$（6+1），HCl（1+1）+ H_2O_2，H_2SO_4（1+1）
锆	HF，$H_2SO_4 + HCl$，HF（1+4）+ HNO_3（1+1）
钌	$(NH_4)_2S_2O_3$，$CuCl_2$ 存在下 600℃氯化后水提取

注：①本表仅列出常用溶（熔）剂，除列出合金外，其它合金的溶（熔）剂与基体金属同；
②溶解反应激烈，溶剂要分次慢加；
③在 HNO_3 中钝化，也不溶于热 H_2SO_4；
④冷水浴中冷却溶解；
⑤反应激烈，先加一定量水，溶剂慢加，必要时流水冷却；
⑥氮气氛中水分解，乙醇溶解，再加水，酸蒸发除乙醇。

附录 14　矿石的增压分解条件

样　品	重　量 (g)	分解试剂 (mL)	分解温度 (℃)	分解时间 (h)	分解率 (%)	样品分解状况
十字石	0.2	HF（10）+ $HClO_4$（10）	250 ± 10	1	100	
十字石	0.25	HF（20）	220 – 230	2		紫色块状沉淀
十字石	0.5	HF（6）+ $HClO_4$（4）	240	3	46	
十字石	0.6	HF（7）+ H_3PO_4（14）	240	4.5	100	
十字石	0.1	HF(1) + (1 + 1)H_2SO_4(0.5)	420	19	100	细粒沉淀
十字石	0.1	HF（1.5）	375	19	100	AlF_3 沉淀
红柱石	0.26	HF（10）+ H_3PO_4（10）	220 – 230	6	> 98	极少量黑色沉淀
红柱石	0.5 – 0.8	HF（7）+ H_3PO_4（16）	240	6	100	用 H_2SO_4 或 H_2SO_4 + HF 分解不完全
红柱石	0.8	HF（10）+ $HClO_4$（10）	240	5	46.5	
斧　石	0.25	HF（20）	220 – 230	6	100	大量灰黑色沉淀，溶于 HCl
符山石	0.25	HF（20）	220 – 230	3.5	100	大量白色沉淀，溶于大体积 HCl
叶蜡石	0.25	HF（20）	220 – 230	2.5	100	灰色沉淀，煮沸溶于硼酸
榍　石	0.25	HF（20）	220 – 230	3	100	大量白色沉淀，溶于 HCl
榍　石	0.5	HF（7.5）+（1 + 1）H_2SO_4（5）	240	5.5	92	
电气石	0.26	HF（10）+（1 + 1）H_2SO_4（10）	220 – 230	4	100	白灰色沉淀，溶于 HCl
电气石	0.5	HF(12.5) + (1 + 1)H_2SO_4(12.5)	240	3.5	100	
蓝晶石	0.2	HF（10）+ $HClO_4$（10）	250 ± 10	1	100	
蓝晶石	0.1	HF（1.5）	400	18	100	少量沉淀
硅铍石	0.1	HF（1.5）	400	18	100	
石榴石	0.02	HF（1）	425	5	100	少量沉淀
锂云母	0.5	(1 + 1) H_2SO_4（20）	240	8	99	残渣中含钙
普通辉石		HF（15）	240	13	100	
微斜长石	0.5	HF（15）	240	13	99	
绿柱石	0.1	HF（20）	220 – 230	1	100	
绿柱石	0.1	HF（20）	220 – 230	3.5	100	
绿柱石	0.1	HF（10）+ NHO_3（10）	220 – 230	2	100	大量白色 AlF_3 沉淀，含铍甚微
绿柱石	0.2	HF（10）+ HCl（10）	220 – 230	2	100	大量白色 AlF_3 沉淀，含铍甚微
绿柱石	0.2	HF（10）+ H_2SO_4（10）	220 – 230	2	100	少量白灰色沉淀
绿柱石	0.2	HF（10）+ $HClO_4$（10）	220 – 230	2	100	大量白色 AlF_3 沉淀，含铍甚微
绿柱石	0.2	HF（10）+ $HClO_4$（10）	250 ± 10	1	100	
绿柱石	0.3	HF（20）	240	10	100	
绿柱石	0.3	HF（10）+ H_3PO_4（10）	240	4	100	
绿柱石	0.1	HF（1.5）	400	18	100	AlF_3 沉淀
铬矿石	0.5 – 1	HF（12）+（2 + 1）H_2SO_4（12）	240	5	100	
铬矿石	0.5	HF（8.5）+ $HClO_4$（2.5）	240	3.5	91.3	铬氧化
铬矿标样 103a	0.05	HF（1.5）	425	17	100	大量绿色沉淀
铬矿标样 103a	0.05	HCl（1.5）	425	17	100	小量胶状沉淀，不含铬
单斜锆石		HF（5）+（1 + 1）H_2SO_4（5）	240	12	100	
铌铁矿		HF（5）+（1 + 1）H_2SO_4（5）	240	8	100	
钽铁矿		HF（5）+（1 + 1）H_2SO_4（5）	240	8	100	
红铁镍矿	0.2	HCl（15）	240	6	100	

样　品	重　量 (g)	分解试剂 (mL)	分解温度 (℃)	分解时间 (h)	分解率 (%)	样品分解状况
黄铁矿		HF (5) + (1+1) H_2SO_4 (5)	240	5		很不完全
锆英石		HF	240	10	100	
锆英石	0.25	HF (20)	220 – 230	6	81	
锆英石	0.5	HF (25)	240	5	< 50	HF 混以 H_3PO_4、H_2SO_4、$HClO_4$ 均不能完全分解
锆英石	0.025	HF (1)	400	4	70	
锆英石	0.025	HF (1.5)	425	20	100	
黄　玉	0.25	HF (20)	220 – 230	3	51	
黄　玉	0.2	HF (10) + $HClO_4$ (10)	250 ± 10	1	35	
石　英	1	HF (12) + $HClO_4$ (3)	240	10	100	原样品粒度为 1mm
石　英	1	HF (13) + H_2SO_4 (2)	240	10	100	原样品粒度为 1mm
石　英	1	30% KOH (15)	240	5	100	
假蓝宝石	0.03	HF (1.5)	400	17	100	少量沉淀
刚　玉		HF (5) + (1+1) H_2SO_4 (5)	240	4	100	少许铝盐沉淀
刚　玉	0.5	HCl (15)	240	3.5	96.7	
刚　玉	0.5	(1+1) $HClO_4$ (15)	240	3.5	88.4	
刚　玉	0.5	HF (15)	240	3.5	100	
刚　玉	0.5	HF (15) + $HClO_4$ (3)	240	3.5	100	
刚　玉	0.5	(2+1) H_2SO_4 (15)	240	3	100	
刚　玉	0.5	(1+1) H_2SO_4 (5) + H_3PO_4 (5)	240	4.5	100	
磁铁矿	0.5	HBr (20)	240	10	> 99.5	
磁铁矿	0.7	HBr (14) + HF (1)	240	10	100	
磁铁矿	0.6	70% H_2SO_4 (20)	240	6.5	100	
磁铁矿		HF (5) + (1+1) H_2SO_4 (15)	240	4	100	
钛铁矿	1	65% H_2SO_4 (5)	240	3	100	
钛铁矿		HF (5) + (1+1) H_2SO_4 (5)	240	6	100	钛水解
锡　石	0.5	HCl (15)	240	7	100	
金红石	0.25	HF (20)	220 – 230	3	36.8	
金红石		HF (5) + (1+1) H_2SO_4 (5)	240	16	100	
金绿宝石	0.1	HF (10) + (1+1) H_2SO_4 (10)	220 – 230	6	100	AlF_3 沉淀
金绿宝石	0.1	HF (1.5)	400	20	100	AlF_3 + (H_3O) AlF_4 沉淀
金绿宝石	0.1	HCl (1.5)	400	19		金量试样未分解
铬铁矿		HF (5) + (1+1) H_2SO_4 (5)	240	6	100	
铬铁矿	0.25	HF(10) + (1+1)H_2SO_4(10)	220 – 230	4	100	
铬铁矿	0.8	HF(12.5) + (2+1)H_2SO_4(12.5)	240	5	99.2	
黄铁矿	0.2	HF (10) + $HClO_4$ (10)	250 ± 10	1	100	
黄铁矿	0.5	H_2SO_4 (25)	240	3	99	
黄铁矿	0.6	H_2SO_4 (20) + Br_2 (1)	240	6.5	99.8	
磁黄铁矿	0.2	HF (10) + $HClO_4$ (10)	250 ± 10	1	100	
黄铜矿	0.2	HF (10) + $HClO_4$ (10)	250 ± 10	1	100	
磷钇矿	0.1	HCl (10)	220 – 230	2.5	54	
磷钇矿	0.1	HF (10) + HNO_3 (10)	220 – 230	6	100	少量沉淀，含 YF_3
花岗岩 G1	0.03	HF (1.5)	400	17	100	极少量沉淀
板　岩	0.2	HF (1) + H_3PO_4 (10)	240	3	100	

附表 15　金属及其化合物的溶解方法

Al 和它的合金：易溶于盐酸，在浓硝酸和稀硝酸及稀硫酸中溶解缓慢。易溶于浓苛性碱溶液（20—40%）。

Al_2O_3：将试样与过量 4—6 倍无水碳酸钠和碳酸钾（1 + 1）在镍或铁坩埚中熔融，冷却后，将熔块溶于水，而不溶碳酸盐可用盐酸溶解。也可以用硫酸铵熔融，熔块用水浸取。

B：溶于氧化性酸，浓硫权和浓硝酸中，甚至溶于加热至冒烟的高氯酸中，与苛性碱熔融生成偏硼酸盐。

V：溶于硝酸及硝酸和盐酸的混合酸中。加热溶于浓硫酸中，不溶于稀硫酸和盐酸。与碱一起熔融形成钒酸盐。

W：溶于氢氟酸和硝酸混合酸中，溶于含有磷酸的酸混合物中，在过氧化氢存在下溶于饱和草酸溶液中，粉状乌易溶于过氧化氢溶液中，在氧化剂存在下（例如 $KClO_3$），用碱或碳酸钠熔融形成乌酸盐。

Fe：易溶于稀硫酸、盐酸和硝酸中。

Fe_2O_3：溶于硫酸、盐酸和硝酸，用 6 倍 $KHSO_4$ 熔融并浸出熔块于稀硫酸中。

Y：溶于硫酸、硝酸和盐酸溶液中。

Co：溶于稀硝酸、稀盐酸、稀硫酸中，浓硝酸和浓硫酸使钴“钝化”。

La 和其它稀土：易溶于盐酸、硝酸和硫酸溶液中。

Mg：易溶于所有酸中（包括醋酸），也在浓铵盐溶液中溶解。

Mn：溶于稀硫酸、盐酸和硝酸中，在浓硫酸中也溶解。

Cu：溶于硝酸中，加热至冒烟时浓硫酸溶解铜。在氧化剂（如 Fe（Ⅲ）、H_2O_2、HNO_3 等）共存时盐酸也能溶解铜。

Mo：易溶于硝酸、硝酸和盐酸混合酸中，在强烈加热时浓硫酸也溶解钼，粉末的钼溶于过氧化氢溶液中。

As：溶于硝酸、盐酸和硝酸混合酸中，用强热浓硫酸也能溶解砷。

Ni：溶于稀硝酸中及盐酸和硝酸混合酸溶液中。

Nb：溶于硝酸和氢氟酸中，溶于浓硫酸与硫酸铵或硫酸钾的混合物（加热至冒烟）中。

Sn：溶于盐酸、盐酸和硝酸的混合酸中；也溶于热的浓硫酸中。

铂属元素或贵金属：钯是铂金属最活泼的一个元素，它溶于浓硝酸及热硫酸中，溶于王水中，铂溶于王水中。钌、铑、铱、锇不溶于一般无机酸和王水。铂族金属在有氧化剂存在时与碱一起熔融，均可转变为可溶化合物。

Re：溶于硝酸而形成铼酸溶液。粉状铼易溶于过氧化氢溶液。

Pb：易溶于稀硝酸及醋酸中，加热时溶于浓盐酸和浓硫酸中。

Ag：易溶于硝酸，加热可溶于浓硫酸中。

Ta：溶于氢氟酸和硝酸中，与碱熔融生成钽酸盐、在加热浓硫酸时钽才能作用。

Ta_2O_5：（a）可用碳酸钠和碳酸钾混合物熔融；

（b）可用苛性碱共熔。

Ti：溶于 1 + 1 稀盐酸和 1 + 1 稀硫酸。易溶于稀氢氟酸和它与硝酸混合酸中。硝酸“钝化”钛。

TiO_2：a. 在加热时溶于酸中。

b. 在加热至沸时溶于硫酸和硫酸钠混合物中。

Th 和 ThO_2：易溶于浓盐酸以及盐酸和硝酸混合酸中。

Cr：溶于盐酸、高氯酸和稀硫酸中。

Ce：易溶于酸形成 Ce（Ⅲ）盐。

Zn：易溶于酸及浓碱溶液中。

ZrO_2：溶于盐酸和硝酸混合酸及氢氟酸中，也可溶于氢氟酸和硝酸的混合酸中。加热溶于硫酸与硫酸钾混合物或与硫酸氢钾熔融。

附录 16　缓冲溶液的配制

（一）基本溶液

（1）0.2 mol/L 邻苯二甲酸氢钾溶液：称取 20.423 g 邻苯二甲酸氢钾，溶于蒸馏水并释至 500 mL。

（2）0.1 mol/L 氨基乙酸与 0.1 mol/L 氯化钠混合溶液：称取 3.753 g 氨基乙酸和 2.922 g 氯化钠，溶于蒸馏水并定容至 500 mL。

（3）0.2 mol/L 硼酸与 0.2 mol/L 氯化钾混合溶液：称取 6.183 g 硼酸和 7.455 g 氯化钾，溶于蒸馏水并释至 500 mL。

（4）0.2 mol/L 氯化钾溶液：将 7.455 g 氯化钾溶于蒸馏水并稀至 500 mL。

（5）0.2 mol/L 磷酸二氢钾溶液：称取 13.609 g 磷酸二氢钾，溶于蒸馏水并定容至 500 mL。

（二）缓冲溶液

（1）盐酸-氯化钾缓冲溶液：将下列各组溶液混合后，用蒸馏水定容至 100 mL。

pH 值	0.1 mol/L 盐酸溶液 (mL)	0.2 mol/L 氯化钾溶液 (mL)	pH 值	0.1 mol/L 盐酸溶液 (mL)	0.2 mol/L 氯化钾溶液 (mL)
1.1	94.56	2.70	1.7	23.76	38.10
1.2	75.10	12.45	1.8	18.86	40.60
1.3	59.68	20.15	1.9	14.98	42.50
1.4	47.40	26.30	2.0	11.90	44.05
1.5	37.64	31.20	2.1	9.46	45.30
1.6	29.90	35.00	2.2	7.52	46.25

（2）邻苯二甲酸氢钾-盐酸缓冲溶液：将下列各组溶液混合后，用蒸馏水定容至 100 mL。

pH 值	0.1 mol/L 盐酸溶液 (mL)	0.2 mol/L 邻苯二甲酸氢钾溶液 (mL)	pH 值	0.1 mol/L 盐酸溶液 (mL)	0.2 mol/L 邻苯二甲酸氢钾溶液 (mL)
2.2	46.60	25.00	3.2	18.80	25.00
2.4	37.60	25.00	3.4	9.95	25.00
2.6	33.00	25.00	3.6	6.00	25.00
2.8	26.50	25.00	3.8	2.65	25.00
3.0	20.40	25.00			

（3）邻苯二甲酸氢钾-氢氧化钠缓冲溶液：将下列各组溶液混合后，用蒸馏水定容至 100 mL。

pH 值	0.1 mol/L 氢氧化钠溶液 (mL)	0.2 mol/L 邻苯二甲酸氢钾溶液 (mL)	pH 值	0.1 mol/L 氢氧化钠溶液 (mL)	0.2 mol/L 邻苯二甲酸氢钾溶液 (mL)
4.0	0.40	25.00	5.2	29.75	25.00
4.2	3.65	25.00	5.4	35.25	25.00
4.4	7.35	25.00	5.6	39.70	25.00
4.6	12.00	25.00	5.8	43.10	25.00
4.8	17.50	25.00	6.0	45.40	25.00
5.0	23.65	25.00	6.2	47.00	25.00

（4）磷酸二氢钾-氢氧化钠缓冲溶液：将下列各组溶液混合后，用蒸馏水定容至 100 mL。

pH 值	0.1 mol/L 氢氧化钠溶液 (mL)	0.2 mol/L 磷酸二氢钾溶液 (mL)	pH 值	0.1 mol/L 氢氧化钠溶液 (mL)	0.2 mol/L 磷酸二氢钾溶液 (mL)
5.8	3.66	25.00	7.0	29.54	25.00
6.0	5.64	25.00	7.2	34.90	25.00
6.2	8.55	25.00	7.4	39.34	25.00
6.4	12.60	25.00	7.6	42.74	25.00
6.6	17.74	25.00	7.8	45.17	25.00
6.8	23.60	25.00	8.0	46.85	25.00

（5）硼酸-氯化钾-氢氧化钠缓冲溶液：将下列各组溶液混合后，用蒸馏水稀至 100 mL。

pH 值	0.1 mol/L 氢氧化钠溶液 (mL)	0.2 mol/L 硼酸-氯化钾溶液 (mL)	pH 值	0.1 mol/L 氢氧化钠溶液 (mL)	0.2 mol/L 硼酸-氯化钾溶液 (mL)
7.8	2.65	25.00	9.0	21.40	25.00
8.0	4.00	25.00	9.2	26.70	25.00
8.2	5.90	25.00	9.4	32.00	25.00
8.4	8.55	25.00	9.6	36.85	25.00
8.6	12.00	25.00	9.8	40.80	25.00
8.8	16.40	25.00	10.0	43.90	25.00

（6）氨基乙酸-氯化钠-氢氧化钠缓冲溶液：将下列各组溶液混合后，用蒸馏水定容至 100 mL。

pH 值	0.1 mol/L 氢氧化钠溶液 (mL)	0.2 mol/L 氨基乙酸-氯化钠溶液 (mL)	pH 值	0.1 mol/L 氢氧化钠溶液 (mL)	0.2 mol/L 氨基乙酸-氯化钠溶液 (mL)
10.0	37.50	62.50	11.6	51.00	49.00
10.2	41.00	59.00	11.8	52.10	47.90
10.4	44.00	56.00	12.0	54.00	46.00
10.6	46.00	54.00	12.2	56.00	44.00
10.8	47.50	52.50	12.4	60.30	39.70
11.0	48.80	51.20	12.6	67.50	32.50
11.2	49.80	50.20	12.8	77.50	22.50
11.4	50.20	49.80	13.0	92.50	7.50

注：①所用试剂皆为分析纯或优级纯。

②氯化钾、氯化钠在 120℃烘干后使用；硼酸在 80℃烘干使用；邻苯二甲酸氢钾磷酸二氢钾在 110～120℃烘干使用；氨基乙酸在 110℃烘干使用。

附录 17　部分微波产品简介

仪器类型	仪器型号	仪器参数
密闭消解	Q15	* 900W 功率　* 安全屏蔽门　* 4 或 6 套 HP 或 VHP 消解罐 * 三步编程　* 换气模块　* PTFE 谐振腔 * 220VAC　10A　50HZ
	Q2000（Q45）	* 1000W 功率　* 安全屏蔽门　* 12 套 HP 或 VHP 消解罐 * 四步编程　* 换气模块　* PTFE 谐振腔 220VAC　10A　50HZ
	Q2000E	* 1000W 功率　* 安全屏蔽门　* 12 套 HP 或 VHP 消解罐 * 四步编程　* 换气模块　* PTFE 谐振腔 密闭温度传感器　HP 控温 200℃；VHP 控温 230℃ 自动功率调节 220VAC　10A　50HZ
	QLAB6000	* 1000W 功率　* 安全屏蔽门　* 12 套 HP 或 VHP 消解罐 * 换气模块　* PTFE 谐振腔　压力报警系统 密闭温度及压力传感器　HP 控温 200℃；控压 200PSI VHP 控温 230℃；控压 625PSi * 自动功率调节　* 计算机控制　* 软件预存 PEA 标准方法
开口消解	QLAB6000-100	QLAB6000 微波主机，适用于石油化学、塑料、聚合物、药物、食品等样品消解及浓缩蒸发可同时运转 10 个 150 mL 玻璃或石英冷凝开口消解罐可精确控制每个开口罐的温度，防止易挥发成分的损失，最高温度可达 460℃ 自动分配试剂（选购件） 自动功率调节　* 计算机控制　* 软件预存 EPA 标准方法
全自动消解系统	QLAB-DFS	计算机控制　* 软件预存 EPA 标准方法 可自行编制多步消解程序 实时图形监测显示系统 自动分配试剂 温度与压力反馈控制系统 全过程可预装 126 个样品
多功能消解系统	QPro-M	索氏萃取 凯氏定氮 回流冷凝

* 以上加拿大 QUESTRON Technologies 公司的产品由北京吉大小天鹅仪器有限公司代理：

原书缺页348-末

[General Information]
书名=分析样品制备
作者=阎军　　胡文祥主编
页数=348
出版社=解放军出版社
出版日期=2003年02月第1版
SS号=11316225
DX号=
URL=http://book.szdnet.org.cn/bookDetail.jsp?dxNumber=&d=20401835 0E153ABB9B73FEBC82B567 15

封面
书名
版权
前言
目录
第1章食品类
1．1　概述
1．2一般食品
食品（As、Se、Zn）
食品（As）
食品（As、Hg）
食品（As、Hg）
食品（Cd、As、Pb、Se、Zn）
食品（Cd）
食品（Cd）
食品（Cr）
食品（Fe、Mg、Mn）
食品（Hg）
食品（K、Na、Ca、Mg、Cu、Zn、Fe、Mn）
食品（Pb）
食品（Pb、As）
食品（Pb、Cd、Cu）
食品（Pb、As、Cd、Cu、Ni、Fe、Zn、Ca、Hg、Se）
食品（Pb）
食品（Pb、As）
食品（Pb、As、Cu）
食品（Pb、As）
食品（Sb）
食品（Se）
食品（Se）
食品（Sn）
食品（Sn）
食品（Zn）
食品（Zn、Cu、Fe）
1．3粮食类
粮食（Cd、Co、Ni）
粮食（Cu）
粮食（Pb、Cu、Cd）
粮食（Te）
米粉（Ca、Fe）
米粉（Fe、K、Zn）
米粉（Hg）
米粉（Mo）
米粉、面粉（Pb）
米粉、面粉（Pb）
大米（Cu）
大米、面粉、豆类、蔬菜、大枣、水果（Cu、Zn、Fe）
大米及稻子（Sm、La、Ce、Pr、Nd、Eu、Gd、Tb、Dy、Ho、Er、Tm、Yb、Lu、Y）
小麦叶片（K）
小麦制粉（Pb、Zn、K、Na、Mg、Fe、Mn、Cu、Cd、Cr、Ni、Co、P）

小米（Ｓｅ）
豆类样品（Ｍｏ）
麦芽粉（Ｓｅ、Ｇｅ）
苦荞复合挂面（Ｖ、Ｃｒ、Ｃｕ、Ｍｎ、Ｓｅ）
大米粉、脱脂奶粉（Ｚｎ）
１．４酒及饮料类
饮料（Ｃｕ、Ｃｄ、Ｆｅ、Ｚｎ、Ｍｎ、Ｍｇ）
饮料（Ｐｂ）
果汁饮料（Ｓｎ、Ｓｂ）
野生白刺果汁（Ｋ、Ｎａ、Ｃａ、Ｍｇ、Ｃｕ、Ｚｎ、Ｆｅ、Ｍｎ）
冷饮（Ｐｂ）
天然饮水（Ａｇ）
矿泉水（Ａｓ、Ｓｅ）
矿泉水（Ｃａ、Ｋ、Ｎａ、Ｍｇ）
矿泉水（Ｃｕ、Ｚｎ、Ｆｅ、Ｍｎ）
矿泉水（Ｇｅ）
汽水（Ｚｎ、Ｃｕ、Ｆｅ）
茶叶（Ｂ）
茶叶（Ｃｕ、Ｎｉ）
茶叶（Ｃｕ）
茶叶（Ｃｒ、Ｎｉ）
茶叶（Ｃｄ）
茶叶（Ｍｇ、Ｃａ、Ｆｅ、Ｃｕ、Ｚｎ、Ｎｉ、Ｓｒ）
茶叶（Ｍｎ、Ｐ）
茶叶（Ｍｎ）
茶叶（Ｐｂ）
茶叶（Ｐｂ）
茶叶（Ｐｂ、Ｃｄ）
茶叶（Ｎｉ、Ｃｒ）
茶叶（Ｓｅ）
茶叶（稀土元素）
雪茶、山珍品、地耳、鸡枞菌（Ｃａ、Ｍｇ、Ｚｎ、Ｃｕ、Ｆｅ、Ｃｒ、Ｍｎ、Ｃｏ）
啤酒（Ａｌ）
白酒（Ｃｕ、Ｚｎ、Ｆｅ、Ｍｎ）
啤酒新原料黑米（Ｆｅ、Ｍｎ、Ｚｎ）
灵芝酒（Ｇｅ）
葡萄酒（Ｐｂ）
酒（Ｐｂ、Ｍｎ）
营养辅酒（Ｓｅ）
１．５蔬菜、水果类
蔬菜（Ａｌ、Ｋ、Ｃａ、Ｐ、Ｆｅ、Ｍｎ、Ｃｏ、Ｇｅ、Ｐｂ、Ｎａ、Ｍｇ、Ｃｕ、Ｚｎ、Ｂ、Ｎｉ、Ｖ、Ｃｄ、Ｓｒ）
蔬菜（Ｃａ、Ｋ、Ｍｇ、Ｃｕ、Ｆｅ、Ｚｎ、Ｍｎ）
蔬菜（Ｃｄ、Ａｓ、Ｃｒ、Ｐｂ）
蔬菜（Ｆ）
蔬菜、中药（Ｃｕ）
蔬菜（Ｐｂ）
蔬菜（Ｓ）
蔬菜（维生素Ｃ）
蔬菜（五氯硝基苯）
广西果蔬（Ｃａ、Ｚｎ、Ｆｅ、Ｃｕ、Ｍｇ、Ｐｂ、Ｃｒ、Ｃｄ、Ｎｉ、Ｓｒ、Ｍｎ）
东北野菜（Ｆｅ、Ｋ、Ｐ、Ｚｎ、Ｍｎ、Ｓｒ）

红毛菜（Ca、Mg、Mn、Fe、Cu、Al、Si）
菠萝（Cu、Zn、Fe、Mn）
竹笋（Ca、Mg）
猴头菌、香菇、麦饭石（Pb、Cd）
野果（Se）
1．6海产品类
鱼肉（Cd）
鱼肉（Cd）
鱼肉（Hg）
鱼肉（Hg）
鱼肉（Cu、Zn、Fe）
鱼肉（Pb）
海产品（Na、Mg、Al、P、Cr、Mn、Fe、Ni、Cu、Zn、As、Sr、Mo、Cd、Pb、Hg）
鲸肉（K、Na、Ca、Mg、Fe、Mn、Zn、Cu、Se、Ge）
鱼骨粉（Cr6+、Cr）
贝类（K）
海螺肉（Se）
牡蛎粉（Se）
贝肉（Zn）
贻贝（多环芳烃）
虾标样（Sr）
1．7植物类
植物（Ca、Cu、K、Mg、Mn、Zn、B、P）
植物（Ca、Fe、Cu、Mg、K、Zn）
植物（Cu、Zn）
植物（Fe、Mn）
植物（F）
植物（Hg）
植物组织（Mg、K、Na、Ca）
植物组织（Mo、Cr、Ni、Co、Cd、Sr、Ba、Li、Pb）
植物、人发（Pb）
植物、动物、土壤（Pb）
草本植物（Cu）
泡桐树叶（B）
荔枝叶龙眼叶（B）
桃叶、生物牛肝、牡蛎、西红柿、茶树叶（Cu、Zn、Fe、Mn、K、Mg）
香蕉叶（Fe）
酸桔叶子（K、Na、Ca、Mg）
1．8肉及肉制品类
肉与肉制品（As）
肉与肉制品（Cu）
肉与肉制品（Mg）
肉与肉制品（Zn）
肉制品（NO？）
肉制品（NO？）
肉制品（NO？）
猪肝（V）
动物肉（Hg）
1．9罐头、乳制品类
罐头果汁（Cu、Pb、Zn、Sn、Sb）
罐头（Sb、Bi）

罐头（Ｓｎ）
磨菇罐头（ＳＮ）
芦笋罐头（Ａｓ）
乳酪（Ｃｕ）
人造奶油（Ｃｕ、Ｎｉ、Ｐｂ）
炼乳（Ｐｂ）
１．１０保健品及营养品类
保健品（Ｃａ、Ｐｂ、Ｆｅ、Ｃｕ、Ｚｎ、Ｍｎ）
健脾益肾浸膏（Ｃｕ、Ｚｎ、Ｍｎ）
营养食品（Ｃｕ、Ｃａ、Ｆｅ、Ｚｎ、Ｍｇ、Ｍｎ、Ｓｒ）
维生素及其它营养物（Ｋ）
蚂蚁（Ｃａ、Ｚｎ、Ｃｕ、Ｃｏ、Ｆｅ、Ｎｉ、Ｋ、Ｐｂ）
蚂蚁（Ｃａ、Ｋ、Ｎａ、Ｍｇ、Ｆｅ、Ｃｏ、Ｍｎ、Ｎｉ）
中华鳖大补膏（Ｃａ、Ｃｕ、Ｚｎ、Ｆｅ、Ｍｎ）
丹参、红参、党参、苦参（Ｃｒ）
羟甲基甲壳素（Ｃｕ）
蜂蜜（Ｃｕ、Ｆｅ、Ｚｎ、Ｍｎ、Ｍｇ）
阿胶（Ｈｇ）
阿胶（Ｐｂ、Ｃｕ、Ｃｒ、Ｃｄ、Ａｓ、Ｓｂ、Ｓｎ）
灵芝孢子粉（Ｓｅ、Ｇｅ）
珍珠（Ｓｉ、Ｃａ、Ａｇ、Ａｓ、Ｂ、Ｂａ、Ｃｄ、Ｃｏ、Ｃｒ、Ｃｕ、Ｆｅ、Ｍｇ、Ｍｎ、Ｍｏ、Ｎｉ、Ｐｂ、Ｚｎ、Ｐ、Ｓ、Ｋ）
鲨鱼软骨（Ｓｅ、Ｆｅ、Ｚｎ、Ｃｕ、Ｍｎ、Ｍｏ、Ｔｉ、Ｓｒ）
花粉（Ｃｕ、Ｍｎ、Ｎｉ）
舒仲花粉精（Ｓｅ）
板栗叶（Ｍｎ、Ｚｎ、Ｃｕ、Ｆｅ）
人参（Ｇｅ）
西洋参（Ｋ、Ｃａ、Ｍｇ、Ｎａ、Ｆｅ、Ａｌ、Ｃｕ、Ｍｎ、Ｓｒ、Ｚｎ、Ｎｉ、Ｃｏ、Ｍｏ、Ｓｅ）
绞股兰（Ｎａ、Ｃｕ、Ｆｅ、Ｚｎ、Ｍｎ、Ｃａ、Ｍｇ、Ｋ、Ｓｒ、Ｐｂ、Ｃｄ、Ｃｒ、Ａｓ、Ｃｏ、Ｎｉ、Ｍｏ、Ｇｅ、Ｓｅ、Ｌｉ、Ｓｎ）
蒜头、茶叶、大米（Ｓｅ）
大蒜素粉（Ｓｒ、Ｋ、Ｍｎ、Ｃｕ、Ｚｎ、Ｐｂ、Ｂａ、Ｃｏ、Ｃａ、Ｍｇ、Ｆｅ、Ｍｏ、Ｎａ、Ａｌ、Ｔｉ、Ｃｒ、Ｐ、Ｂ、Ｖ）
大蒜、蕨麻、枸杞（Ｇｅ）
１．１１其它
豆油（Ｃｕ、Ｆｅ、Ｍｇ、Ｃａ、Ｋ）
食用油脂（Ｃｕ）
植物油（Ａｓ）
植物油（Ｍｇ、Ｃａ）
膨化食品（Ｃｕ、Ｚｎ、Ｍｇ、Ｆｅ、Ｃａ、Ｋ、Ｎａ、Ｍｎ、Ｓｒ、Ｌｉ）
鸡蛋（Ｃｕ、Ｐｂ、Ｃｄ）
松花皮蛋（Ｐｂ）
糖（Ｃｒ）
白砂糖（Ｃｕ、Ｐｂ）
富铬酵母（Ｋ、Ｆｅ、Ｚｎ、Ｃｒ、Ｃｕ、Ｍｎ、Ｃｏ、Ｂａ、Ｓｒ、Ｖ、Ｎａ、Ｍｇ、Ｃａ）
酵母（Ａｓ、Ｃｄ、Ｐｂ、Ｃｕ、Ｈｇ）
酵素菌肥（Ｋ、Ｃａ、Ｍｇ、Ｃｕ、Ｆｅ、Ｚｎ）
高蛋白棉仁粉（Ｓｅ、Ａｓ）
食盐（Ｃｕ、Ｚｎ、Ｆｅ、Ｃｄ）
食盐（Ｒｂ、Ｃｓ）

参考文献
第2章生物类
２．1概述
２．１．1血液的采集和处理
２．１．2发样的采集与处理
２．１．3尿样的采集与处理
２．１．4脏器的预处理
２．2一般生物样
生物样（Ｃｒ、Ｃｄ）
生物样（Ｃｒ、Ｃｄ）
生物样（Ｈｇ）
生物样（Ｌａ）
生物样（Ｓ）
生物样（Ｓｅ）
生物样品（Ｓｅ）
生物样品（Ｔｈ、Ｕ）
２．3人发
人发（Ａｓ）
人发（Ｃａ）
人发（Ｃａ、Ｃｕ）
人发（Ｃｄ）
人发（Ｃｄ）
人发（Ｃｄ、Ｐｂ）
人发（Ｃｕ、Ｚｎ）
人发（Ｃｕ、Ｚｎ、Ｍｎ）
人发（Ｃｕ）
人发（Ｃｕ）
人发（Ｃｏ）
人发（Ｃｏ、Ｎｉ、Ｍｎ、Ｃｒ、Ｓｎ、Ａｓ、Ｓｒ、Ｍｏ）
人发（Ｆｅ、Ｃｕ、Ｚｎ、Ｍｇ）
人发（Ｍｎ、Ｍｇ、Ｚｎ、Ｆｅ、Ｃａ、Ｃｕ）
人发（Ｍｎ）
人发（Ｍｎ、Ｃｒ、Ｃｕ、Ｆｅ、Ｎｉ、Ｚｎ）
人发、血清（Ｍｏ）
人发（Ｍｏ）
人发（Ｍｏ、Ｃｕ、Ｆｅ、Ｚｎ、Ｍｎ、Ｓｅ、Ｃｏ、Ｃｒ、Ｎｉ、Ｖ）
人发（Ｐｂ）
人发（Ｐｂ）
人发（Ｓｅ）
人发（Ｓｅ）
人发（Ｓｒ）
人发（Ｓｒ等１４种元素）
人发（Ｚｎ）
人发（Ｚｎ）
人发（Ｚｎ、Ｆｅ、Ｃｒ、Ｍｇ）
新生儿发（Ｚｎ、Ｆｅ、Ｓｒ、Ｍｇ、Ｃｄ、Ｐ、Ｎｉ、Ｓｅ、Ａｓ、Ｍｏ、Ｃｕ、Ｍｎ、Ａｌ、Ｃｒ、Ｂａ、Ｓ、Ｎａ）
人发标样（Ｙ、Ｌａ、Ｃｅ、Ｐｒ、Ｎｄ、Ｓｍ、Ｅｕ、Ｇｄ、Ｔｂ、Ｄｙ、Ｈｏ、Ｅｒ、Ｔｍ、Ｙｂ、Ｌｕ）
２．4血液
全血（Ｈｇ）
全血（Ｃａ、Ｍｎ、Ｃｒ、Ｍｇ）

全血（Cu、Zn、Ca、Mg）
全血（Cu、Zn、Fe、Ca、Mg、Pb、Cd、Mn）
全血（Pb）
全血（Se）
全血（Se）
全血（Se）
全血（Se）
全血（Se）
全血（Si）
全血（Zn、As、Ba、Ca、Cu、Fe、Mg、Mo、P）
乳牛全血（Zn、Cu、Al、Cd、Fe、Ca）
兔血（K）
血清（Ca）
血清（Ca、Mg）
血清（Ca、Mg、Zn、Cu、Fe）
血清（Cd、Mn）
血清（Co）
血清（Cr）
血清（Cu、Zn、Mg、Ca）
血清（Cu）
血清、红细胞（Cu、Zn、Na、Ca、Mg）
血清（Ge、Sr）
血清（Mn、Cr、Co、Ni）
血清（Se）
血清（I）
血清（Pb）
血清（Se）
血清（Sn）
血清（Se）
血清（Sr）
血清（Sr、Al、As）
血清（Zn、Ge、Sn、Se、Hg、As、Sb、Na、S、K、Ca、P、Mg、Fe、Si、Cr、Ba、Be、Mo、Sr、Pb、Pb、Cu、Ni、Ti、Co、Cd、V、Mn）
血清（Zn）
新生儿血清（Zn、Cu、Fe、Ca、Mg、Cr、Mn）
胎盘血清（Zn、Cu、Fe、Co、Ni、Mn、Cr、Mo、V、Cd、Sr、Pb、Al、Ca、Mg）
动物血浆（Mo）
血浆（Ca、Zn、Cu、Fe、K、Na、Mg）
血浆、红细胞（Ca）
血浆、血球（Zn）
血浆（稀土元素）
人红细胞膜（结合钙）
红细胞（Li）
红细胞膜（结合镁）
红细胞膜（Mg）
红细胞（Zn、Fe、Cu）
耳血（Cu）
耳血（Cu、Zn、Ca、Mg、Fe）
耳血（Zu、Ca、Fe、Cu）
２．5尿液

尿（As）
尿（Cd）
尿（Cr）
尿（Hg）
尿（Hg）
尿（Hg）
尿（Hg）
尿、全血、唾液（Li）
尿（Mn、Cu、Ni）
尿（Sb）
尿（Sb）
尿（I）
尿样（U）
尿液、血清和人发（Zn、Cu）
尿样、血（V）
尿样（氨基多糖）
兔尿（Al）
２．6组织液
组织液（Cu、Fe、Zn、Ca、Mg）
组织液（K、Na、Ca、Mg）
组织液（Se）
体液（Si）
唾液（Cu）
唾液（Pb）
淋巴液（Cu、Zn、Fe、Ca、Mg）
２．7脏器
一般脏器（Cd、Cu、Zn、Pb、Mn、Ni、Fe、Co）
小鼠脏器（Al）
小鼠脏器（La）
脏器及软组织（Mn、Fe、Cu、Zn、Mg、K、Na、P、Cd、Sr、Ca、Cr）
人体肝脏（Mo）
大白鼠脏器（稀土元素）
鼠肺组织（Ca）
动物脑组织（Ca）
猪肝脏、肾脏、猪肉（As）
猪肝（Cd）
猪肌肉、内脏（Se、Cu、Zn、Fe、Mn、Co）
牛肝（Co、Ni、Cd）
人肝癌组织（Cd、Cr、Pb、Zn、Mg、Mn、Fe、Cu、Ni、Al、Mo、Be、Ti、V、As）
人体脏器（Ti）
人体（U、Th、Cs）
胆管结石（Ca、Na）
胆结石（Cd、Pd）
胆结石（Cu）
胆结石粉（Cu、Ca、Zn、Mg、Fe、Mn、Al、P、Na）
胆结石（Mn、Zn）
胆结石（Mn、Cu、Zn、Fe、Mg、Al、Ca、Ma、P）
２．8牙齿及骨骼
牙齿（Cd、Pb、Zn、Ca）
牙齿（Mg、Zn）

牙齿、骨（Ba、Co、Mg、Mn、Ni、Pb、Sr、Zn、Fe、Cu、Ca）
骨（Sr）
骨骼（V、Cr、Cu、Mn、Ni、Zn）
人骨（232Th、230Th及238Th）
骨化石（Th、U）
骨、血和尿（V、Cu、Fe、Zn）
动物骨骼（Se）
猪骨、猪牙（稀土元素）
指甲（Pb）
指甲（Zn、Cu、Fe、Mn）
趾甲（Cd）
鲍鱼壳（Ti）
2．9其它
母乳（Ca）
人乳（Cr、Cu、Fe、Mn、Se）
人乳（Zn、P、Bi、Sn、Fe、B等14种微量元素）
水晶体（Al、Ca、K、Mg）
蜂蛹（Pb）
肿瘤（Zn）
白内障、血液（Se）
水体（微量蛋白质）
痢疾菌液（Hg）
参考文献
第3章土壤类
3．1概述
3．2土壤类
土壤（Al、Ca、Cu、Fe、K、Na、Mg、Mn）
土壤（B）
土壤（Cd）
土壤（Cd）
土壤（Co）
土壤（Cu）
土壤（Cu、Zn）
土壤（Co）
土壤（F）
土壤（Fe、Mn、Cu、Zn、Ni）
土壤（Fe、Al、Ca、Mg、K、Na、Zn、Mn、V、Cu、Ti、Cr、Sr、Ni、Ba、Ga、Li、Be）
土壤（Hg）
土壤（I）
土壤（有效Mo）
土壤（Pb）
土壤（Pb、Cd）
土壤（Pb、Cd）
土壤（Pb、Ni、Cr、Co、Mo、Cd）
土壤（Pb、Cd）
土壤（Pb）
土壤（Zn）
土壤（Zn）
土壤（Zn）
土壤（可溶性硫酸盐）
土壤（多元素）

土壤（多元素）
土壤（稀土元素）
土壤（多环芳烃）
３．３其它
土壤及水系沉积物（Ａｓ）
土壤岩石（Ｓｂ）
土壤岩石（Ｔｅ、Ｓｅ）
石灰性土壤（有效态Ｆｅ）
沉积物土壤（Ｃａ、Ｎａ、Ｔｉ、Ｃｕ、Ｍｎ、Ｖ）
沉积物土壤（Ｃｒ）
海洋沉积物（Ａｕ）
海洋沉积物（Ｈｇ）
沉积物（Ｓｎ）
污泥（Ｃｕ）
底质（Ｃｒ）
参考文献
第４章环境类
４．１概述
４．２大气
大气（Ａｇ、Ｃｄ、Ｃｕ、Ｐｂ、Ｃｏ、Ｎｉ、Ｍｏ、Ｍｎ、Ｖ、Ｓｎ、Ａｌ、Ａｒ、Ｓｂ、Ｔｉ、Ｂａ、Ｓｉ、Ｓｅ、Ｓｒ）
大气（Ｐｂ）
空气、废气（Ｐｂ）
大气气溶胶（Ｃａ、Ａｌ、Ｍｇ、Ｋ、Ｎａ、Ｍｎ、Ｆｅ、Ｓｒ、Ｐ、Ｚｎ）
大气粉尘（Ｃｄ）
大气粉尘（Ｚｎ）
大气（间苯二酚）
４．３水
水（Ａｇ）
水（Ａｌ）
水（Ａｌ、Ａｓ、Ｃｄ、Ｃｒ、Ｃｕ、Ｆｅ、Ｍｎ、Ｎｉ、Ｐｂ、Ｚｎ）
水（Ａｌ）
水（Ａｌ）
水（Ａｓ）
水（Ａｓ）
水（Ａｓ）
水（Ｂ）
水（Ｂｅ）
水（Ｃｒ、Ｎｉ）
水（Ｃｕ、Ｐｂ、Ｃｄ）
水（Ｆｅ、Ｍｎ）
水（Ｈｇ）
水（Ｎｉ）
水（Ｎｉ）
水（Ｓｅ）
水（Ｓｅ）
水（Ｓｎ）
水（Ｐｂ）
水（Ｔｅ６+、Ｔｅ４+）
水（Ｖ）
水（Ｖ）
水（Ｗ）

水（二乙烯三胺）
雨雪（Ａｇ）
天然水（Ａｕ）
天然水（Ｌｉ）
长江水（Ｐｂ、Ｃｕ、Ｃｄ）
河水、污水、自来水、人工湖水（Ｓｂ３＋、Ｓｂ５＋）
海水（Ｐｂ、Ｃｄ）
海水、自来水、井水（Ｙｂ）
海水、淡水、卤水（Ｃｄ、Ｃｏ、Ｃｕ、Ｆｅ）
海水、淡水、卤水（Ｌｉ）
海水、食盐（Ｉ）
水、酒、海带提取液（Ｃｌ－、Ｉ－）
４．４废水
废水及清洁环境水样（Ａｓ）
废水和水（Ａｓ）
废水、河水、地下水（Ｂｉ）
废水、河水、海水（Ｃｄ）
废水（Ｓｅ）
废水、饮用水、天然水（Ｓｅ）
工业废水（Ｃｄ）
工业废水（Ｃｕ、Ｚｎ）
工业废水（Ｎｉ）
工业废水（Ｐｂ）
钢铁废水（Ｂｉ）
污水（Ｐｂ）
污水（Ｚｎ、Ｃｕ、Ｎｉ、Ｃｄ）
４．５饮用水
自来水（Ｃｕ、Ｐｂ）
矿泉水（Ｃａ、Ｍｇ、Ｃｄ、Ｃｏ、Ｃｒ、Ｎｉ、Ｖ）
矿泉水（Ｌｉ）
饮用水（Ｐｂ、Ｎｉ）
饮用水（Ｓｅ）
自来水、河水、海水（Ｃｕ）
自来水、果叶、河流底泥（Ｓｎ）
自来水、河水、井水、溪水、水库水（硝酸盐氮）
４．６固体废料
原煤（Ａｓ、Ｓｅ）
煤（Ｈｇ）
煤（Ｓ）
煤粉　（Ａｓ、Ｂｅ、Ｂｉ、Ｃｄ、Ｃｒ、Ｇｅ、Ｐｂ、Ｓｎ、Ｓｂ、Ｔｅ）
煤灰　（Ｃａ、Ｓｒ）
煤灰、污水、土壤、粮食、植物、人发（Ｐｂ、Ｓｅ）
粉煤灰（Ｃｏ、Ｖ、Ｔｉ、Ｍｏ、Ｐ、Ｓｒ、Ｃｕ、Ｐｂ、Ｚｎ、Ｃｒ、Ｈｇ、Ｂａ、Ｍｎ、Ｎｉ）
尾煤（Ｈｇ）
树叶（Ｐｂ）
参考文献
第５章轻工类
５．１概述
５．２化妆品类
化妆品（Ｃｄ）
化妆品（Ｆｅ）

化妆品（Ｆｅ）
化妆品（Ｈｇ、Ａｓ、Ｐｂ）
化妆品（Ｐｂ）
化妆品（Ｐｂ、Ａｓ、Ｈｇ）
化妆品（Ｐｂ）
明胶（Ｆｅ、Ｃｕ）
香波（Ｈｇ）
洗发液（Ｐｂ）
洗发香波　　（苯酚）
５．３肥料及饲料
肥料（Ｂ）
肥料（Ｃａ、Ｃｕ、Ｆｅ、Ｍｇ、Ｍｎ、Ｚｎ）
肥料（酸性钙）
肥料（Ｍｎ）
肥料（Ｎａ）
磷肥（Ｐ）
叶面肥（Ｃｄ、Ｃｕ、Ｆｅ、Ｍｎ、Ｐｂ、Ｚｎ、Ｃａ、Ｍｇ、Ｐ、Ｋ）
饲料（Ｃａ）
饲料（Ｃｏ）
饲料（Ｆｅ、Ｃｕ、Ｚｎ、Ｍｇ）
饲料、食品（Ｐｂ）
饲料（Ｓｅ）
饲料和饲料添加剂（Ｚｎ、Ｃｕ、Ｆｅ、Ｍｎ、Ｃａ、Ｐ）
动物饲料（Ｃａ）
动物饲料（Ｃｕ、Ｆｅ、Ｍｇ、Ｚｎ、Ｍｎ）
水貂饲料（Ｋ、Ｎａ、Ｃａ、Ｍｇ、Ｆｅ）
润滑油添加剂（Ｃａ、Ｂａ、Ｚｎ、Ｍｏ、Ｍｇ、Ｐ、Ｆｅ、Ｃｒ、Ｃｕ、Ｍｎ、Ｎｉ、Ｐｂ、Ｓｉ、Ｓｎ、Ａｌ、Ａｇ、Ｖ）
５．４催化剂类
催化剂（Ｃａ、Ｆｅ、Ｎｉ、Ｓｉ、Ｎａ、Ｓｂ、Ｐ）
催化剂（Ｃｒ）
催化剂（Ｆｅ）
润滑油添加剂（Ｍｇ）
催化剂（Ｎｉ）
催化剂（Ｎｉ）
钯／碳催化剂（Ｐｄ）
Ａｌ２Ｏ３基催化剂（Ｐｔ、Ｐｄ）
催化剂（Ｓｂ）
铝基催化剂（Ｆｅ、Ｃｕ、Ｎｉ、Ｚｎ、Ｐｂ、Ｍｇ）
催化裂化原料油（Ｖ、Ｃｕ、Ｆｅ、Ｎａ、Ｎｉ、Ｋ）
催化剂（Ｚｒ）
净水剂（Ｐｂ）
５．５油及油漆类
原油（Ｃｕ、Ｖ、Ｆｅ、Ｎｉ、Ｐｂ）
原油（Ｆｅ、Ｎｉ）
原油（Ｎｉ、Ｃｏ、Ｖ、Ｐｂ）
油漆（Ｐｂ）
油漆（Ｐｂ）
油漆（ＭｎＣｏ）
油漆刮屑（Ｐｂ）
油（Ｖ、Ｃｒ、Ｍｎ、Ｆｅ、Ｎｉ、Ｃｕ、Ｚｎ）
５．６金属材料及化合物

八氧化三铀（Ａｌ、Ｃａ、Ｃｒ、Ｃｕ、Ｆｅ、Ｍｎ等１３种元素）
钨产品（Ａｓ、Ａｌ、Ｃｏ、Ｃｒ、Ｍｇ、Ｖ、Ｃｄ、Ｃａ、Ｃｕ、Ｆｅ、Ｍｎ、Ｎｉ、Ｓｎ、Ｍｏ、Ｔｉ）
混合苯（Ａｓ）
氯化钯（Ａｓ）
磷酸（Ａｓ）
硫化物（Ａｕ）
烧碱（Ｃａ）
工业硅（Ｃａ）
铝矾土（Ｃａ、Ｋ）
参质钛酸钡单晶体（Ｃｅ、Ｐｒ、Ｎｄ）
三氧化二砷（Ｃｌ－）
高纯硝酸银（Ｃｕ、Ｆｅ、Ｐｂ）
络合物（Ｆｅ）
工业硫酸（Ｆｅ）
碳化硅（Ｆｅ、Ａｌ、Ｔｉ、Ｍｇ、Ｃａ、Ｋ、Ｎａ）
钨酸铅（Ｆｅ、Ｃｕ、Ｍｎ、Ｃｏ）
氯锡酸铷、氯锡酸铯（Ｋ、Ｒｂ、Ｃｓ、Ｓｎ）
氟钽酸钾（Ｎｂ）
钛白粉（Ｐｂ）
ＰＥＴ树脂（Ｓｂ）
聚丙烯（Ｔｉ）
聚合松香（Ｚｎ）
镀锌钢丝（Ｚｎ）
仲钨酸铵（多元素）
碳酸钙、碳酸锶、碳酸钡（硝酸根）
５．７其它
聚丙烯树脂（Ａｌ、Ｔｉ）
羊毛（Ａｌ、Ｂａ、Ｃｒ、Ｃｕ、Ｈｇ、Ｓｒ、Ｓｎ、Ｚｎ）
玻璃及粘土（Ａｌ）
烟叶（烟碱）
石英砂（Ａｌ、Ｆｅ、Ｍｎ、Ｍｇ、Ｃａ、Ｔｉ、Ｂａ、Ｚｎ、Ｂｉ）
石英砂（Ａｌ、Ｂ、Ｃａ、Ｃｏ、Ｃｕ、Ｆｅ、Ｋ、Ｌｉ、Ｍｇ、Ｍｎ、Ｎａ、Ｎｉ、Ｔｉ）
石英容器（Ａｌ、Ｆｅ、Ｃａ、Ｍｇ、Ｚｎ、Ｃｕ、Ｓｎ、Ｃｒ、Ｍｎ）
石脑油（Ａｓ）
蜡烛（Ａｓ、Ｓｅ、Ｃｒ、Ｂａ、Ｐｂ、Ｃｄ）
保偏光纤应力棒（Ｂ２Ｏ３）
工业硅（Ｃａ、Ｆｅ）
玻璃纤维（Ｃａ、Ｍｇ、Ａｌ、Ｆｅ、Ｔｉ、Ｃｕ、Ｐｂ、Ａｓ、Ｓｂ、Ｚｎ、Ｎｉ、Ｐ、Ｌａ、Ｃｒ、Ｍｎ）
餐具（Ｃｄ、Ｐｂ）
烟丝、烟叶（Ｃｄ）
非金属材料（Ｃｌ－）
磷石膏（Ｃｕ、Ｐｂ）
合成橡胶（Ｆｅ、Ｃａ、Ｎａ）
煤矸石（Ｇｅ）
重晶石（Ｈｇ）
锌锰电池（Ｈｇ）
涂料（Ｈｇ）
玻璃浸出液（Ｌｉ）
乳胶（Ｍｇ、Ｚｎ）

玻璃胶浸出液（Ｐｂ）
头腊（Ｐｂ、Ｃｒ、Ｃｄ、Ｎｉ、Ｃｏ）
石墨材料（Ｓ）
玩具材料涂料（Ｓｂ、Ａｓ、Ｂａ、Ｃｄ、Ｃｒ、Ｐｂ、Ｈｇ、Ｓｅ）
感光涂料（Ｓｉ）
萤石（ＳｉＯ２）
防污漆（Ｓｎ、Ｃｕ）
石膏、水泥（ＳＯ３）
曲通（Ｔｒｉｔｏｎ　Ｘ－１００）
颜料（W）
镉镍电池电镀液（Ｚｎ、Ｃｕ、Ｆｅ）
杀菌剂（水溶性铜）
半导体材料（多元素）
烟草（尼古丁）
纺织品（萘胺、α－萘胺）
参考文献
第６章岩矿类
６．１概述
６．２岩石类
岩石及沉积物标样（Ａｌ、Ｆｅ、Ｓｉ、Mn、Ｎｉ、Ｃｒ、Mo、V、Ｃｏ、Mg、Ｚｎ、P、Ｃｕ）
岩石、土壤（Ａｕ、Ａｇ、Ｔｌ）
贵金属岩石矿物（Ａｕ、Ｐｄ、Ｐｔ）
化探岩石（Ａｕ）
岩石、地质物料、矿物、土壤、炉渣（Ｃａ、Ｔｉ、Mn、Ｆｅ等）
超基性岩石（Ｃｒ）
石灰石（Ｍｇ）
岩石（Ｐｂ）
岩石（Ｒｂ）
岩石矿物（Ｒｂ）
岩石（Ｒｂ）
岩石（Ｓｅ）
萤石（ＳｉＯ２）
岩石（Ｔｈ）
岩石矿物、烟灰（Ｔｉ）
６．３矿石类
矿石标样（Ａｇ）
矿石矿物（Ａｇ）
矿样（Ａｇ）
铅矿石（Ａｇ）
铅精矿（Ａｇ）
岩矿石、金精矿（Ａｇ）
锌精矿（Ａｌ、Ａｓ、Ｂｉ、Ｃａ、Ｃｏ、Ｃｕ、Ｈｇ、Mg、Mn、Ｎｉ、Ｐｂ、Ｓｎ）
多金属矿标准样品（Ａｓ、Ｈｇ、Ｂｉ）
铜精矿（Ａｓ）
铜铅锌矿（Ａｕ）
金矿石（Ａｕ）
锑金矿（Ａｕ）
黄铁矿（Ａｕ）
金矿石（Ａｕ）
砂金（Ａｕ、Ａｇ）

矿石（Au）
矿石（Au）
矿石（Au）
岩矿样品（Au、Ag）
矿石（Au）
矿石（Au）
绿柱石（Be、Si、Al、Fe、Ca、Mg、Ti、Mn）
矿石（BeO）
铁矿（Ca、Al、Mn、Cu、Ti、Si、P）
铬铁矿（Cr、Al、Fe、Si、Mg、Mn）
粗铅、电铅（Cu、Bi、Sb）
铁矿石（Fe）
重晶石（Hg）
锌精矿（Hg、As、Sb）
铜精矿（Ni）
铅锌矿（Pb、Zn、Cu、Fe）
锌矿（Pb）
钒钛铁矿（Si、Al、Ca、Mg、Fe、V、Ti、Mn、Cu、Co、Ni）
钨矿（Sn）
矿石精砂（W）
矿石（Yb）
铜精矿及废料（锇同位素）
6．4地质样品
地质样品（Ag）
金银地质标样（Ag）
地质样品（Au、Ag、Ga、In）
地质样品（Au、Ag、Tl）
地质样品（Li）
地质样品（Pb）
化探样品（Ag）
化探样品（Pb）
化探样品（Sn）
参考文献
第7章冶金和钢铁类
7．1概述
7．2金属类
镍基合金（As）
碳钢、低合金钢（Al、As、Co、Ni、Cr、Cu、Mn、Mo、P、Si、Sn、Ti）
锆铀合金（Al、Ca、Co、Cr、Cu、Fe、Mg、Mo、Mn）
铝镁锗硅合金（Al、Mg、Ge、Si）
钛基复合材料（Al、Zr、Si、Sn、Mo、Ta）
镁锭（Al、Fe、Cu、Mn、Si、Ni）
钯钡合金（B）
镁合金（Be）
硅钙合金（Ca）
合金钢（Cd）
合金钢（Co、Ni）
铸铁（Co）
硅铁合金（Cr、Ca）
钢铁（Cr）
金属铜及铜合金（Cr）

钛合金（Cu、Mn）
高温镍基合金（Fe）
硅钙合金（Fe、Al、Mn）
金属镨（La、Ce、Nd、Sm、Dy、Al、Ca、Ti、Ta、Cr）
铝合金（La、Ce、Pr、Nd、Sm）
铝合金（高含量Si）
铝合金（Si）
铝锂合金（Li、Cu、Mg、Mn）
合金钢（Nb）
不锈钢（Ni）
铅锑合金（Pb）
钛基合金（Pd）
合金（Re）
锌合金（Sb）
析出铅（Sb）
铜基合金（Se、Te）
碲铜合金（Te）
铝合金（Ti、V、Si、Fe、Mg、Zr、Mn）
铅合金（Ti、Zn、V、Mn、Si、Fe、Mg）
铝合金（Zn、Mn、Cu、Pb、Fe、Ti、Mg）
高温合金、单晶合金（Zr）
金属镁（Mn）
金属铅（As）
精锡（As）
黄金（Cu、Fe、Ni、Cd）
高纯氧化钇（Cu、Mn）
金属锶（Cu、Fe、Mg、Ca、Ba）
纯银（Cu、Fe、Ph、Bi）
硅粉（Fe、V、Cu、Mn、Al、Sb）
纯锆（Cd）
高纯铝丝（Fe、Cu、Zn、Mn、Mg）
铁粉（Co、Cr、Mn、Ni、Zn）
精锑（Fe）
低级铌铁（Nb）
炼锑（Hg）
铸铁（Mg）
铝黄铜（Ni）
金属钛（Pb、Zn）
金属铜（Pb）
铅（Sb）
纯铜、铜和金（Sb）
纯钴（Se、Te）
紫铜（Se）
高纯锗（Si）
硅铁（Si、Al、P、Mn、Ca）
镁砂（Si、Ca、Fe、Al、Ti）
锡和铜（Sn）
钨粉、钨矿、钨精矿、钨合金（W）
砷化镓（Cr）
砷化镓（In）
贵金属冶金物料（Pd、Pt、Rh）
钢铁（Bi）

钢铁（P）
钢铁（Cu、Cr、Ni、Mn、Si、P）
冶金标样（V）
铁铷合金（Nd、Al、Si、Mn、Cr、Mg、Zr、Ca）
钢铁标样（V）
钢铁（V）
高速钢（V）
碳素铬铁（P）
石油管材钢（Pb）
7．3金属氧化物
高纯氧化锗（As）
氧化钴（Co、Fe、Ni、Mn、Cu）
氧化钴、硫酸钴、钴标样（高含量Co）
高纯氧化钐（Cu、Pb）
三氧化二铝（CaO）
工业氯化锶（Ca）
高纯氧化钐（Fe）
氧化铝（Na、K、Fe、Zn、Li）
氧化铝（Pd）
高纯氧化铝（Si）
铅阳极泥（Te）
磷铁（Ti）
锌及其化合物（Ni、Ag、Cd、Al、Mn、In、Bi、Sb、Cr、Fe、Cu、Co、Sn、Pb、As）
钨及钨化合物（K、Na）
磁铁精矿（Ni）
7．4稀土元属
稀土（Eu）
多组分稀土（Sm、Nd、Pr、Dy）
高纯氧化铽（稀土杂质元素）
高纯La2O3（Ce、Pr、Nd、Sm）
稀土氧化物富集样品（La、Gd、Pr、Nd、Sm、Eu、Tb）
氧化钐、氧化铕、氧化钆（14个稀土元素）
二氧化锆（Eu）
铌、钽复合氧化矿物（Al、Ca、Fe、K、Mg、Mn、Na、Nb、Pb、Sb、Ta、Th、Ti、U、W、Y、Zr）
7．5其他
分子筛催化剂（Ba、Ca）
焊尘（Fe、Ni、Mn）
磁化杯（Pb、Cd、Fe）
高纯阴极铜（Pb、Bi、Sb）
铂网废料（贵金属Pt、Pd、Ph、Ir、Au）
炉渣（Al2O3、MgO、CaO、TFe、MnO、P2O5）
磁性材料（Ba）
磁性材料（Sr）
玻璃纤维（Ca、Mg、Al、Fe、Ti、Cu、Pb、As、Sb、Zn、Ni、P、La、Cr、Mn）
参考文献
第8章药类
8．1概述
8．2西药类
西药（非那西汀氨基比林咖啡因）

西药（伊帕司他）
西药（对氨基水杨酸钠）
西药（维生素Ｂ１２）
西药（胰岛素）
西药（盐酸布比卡因）
８．3中药类
中药（Ａｓ）
中成药（Ａｓ、Ｂｉ、Ｈｇ）
中草药（Ａｓ、Ｓｂ、Ｓｅ、Ｈｇ）
中药（Ａｓ、Ｈｇ）
中药（Ｃｏ、Ｆｅ、Ｃｕ、Ｚｎ、Ｓｒ、Ｍｎ、Ｎｉ、Ｃｒ、Ｍｏ、Ｐｂ）
中药方剂煎煮液（Ｃｕ、Ｌｉ、Ｎａ、Ｂｅ、Ｂａ、Ｓｒ、Ｃａ、Ｍｇ、Ｃｏ、Ｎｉ、Ｚｎ、Ｍｎ、Ｃｄ、Ｆｅ、Ｃｒ、Ｖ）
中草药（Ｃｕ、Ｆｅ、Ｍｎ、Ｚｎ、Ｎｉ）
中草药漏芦（Ｆｅ、Ｍｎ、Ｃｕ、Ｂａ、Ｓｒ、Ｃｒ、Ａｌ）
中药、食品（Ｇｅ）
中药（Ｍｏ）
中药（Ｍｏ、Ｇｅ）
心灵丸（Ｓｎ）
中草药（Ｓｒ）
抗癌中药（Ｚｎ、Ｃｒ、Ｍｎ、Ｆｅ、Ｃｕ、Ｓｒ）
中药（Ｚｎ、Ｃｕ、Ｍｎ、Ｓｅ、Ｃｒ、Ｆｅ）
潞党参（Ｃｕ）
枸橼酸铋钾胶囊（Ｂｉ）
枸杞子（Ｌｉ）
峰龄胶囊（Ｓｅ）
活血化瘀中草药（Ｓｅ）
海呋龙散（呋喃西林）
黄岑（黄岑甙）
华佗再造丸、大活洛丹、乌鸡白凤丸等２６种中成药（Ｈｇ）
热痛灵注射液
连翘（Ｃｕ、Ｆｅ、Ｚｎ、Ｍｎ、Ｃａ、Ｍｇ、Ｋ、Ｓｒ、Ｃｏ、Ｎｉ、Ｃｒ、Ｎａ、Ｍｏ、Ｔｉ、Ｐ、Ｓ、Ｓｃ）
六味地黄丸（Ａｓ、Ｓｂ）
片子癀（Ｃｒ、Ｐｂ、Ｃｄ）
梅花鹿（Ｍｇ、Ｌａ、Ａｌ、Ｆｅ、Ｃａ、Ｂａ、Ｔｉ、Ｍｎ、Ｂ、Ｍｇ、Ｐ、Ｓｒ、Ｃｕ、Ｚｎ、Ｓｉ）
蚯蚓（Ｃｕ、Ｎｉ、Ｃｒ、Ｆｅ、Ｃａ）
参考文献
第９章食品微生物类
９．１概述
９．２肉与肉制品
９．３乳与乳制品
９．４蛋与蛋制品
９．５水产食品
９．６清凉饮料
９．７调味品
９．８冷食菜、豆制品
９．９糖果、糕点、果脯
９．１０酒类
第１０章微波消解技术
１０．１概述

１０．２微波消解样品的基本原理
１０．２．１微波与物质的相互作用
１０．２．２液体吸收微波的方式
１０．２．３固体吸收微波的方式
１０．２．４各种消解样品方法的比较
１０．３微波消解装置
１０．３．１密闭微波化学仪器技术级别和分类
１０．３．２聚焦微波消解技术
１０．３．３压力容器的材料和设计技术概述
１０．３．４结构设计及双重泄压机制的采用
１０．３．５实验室常规容器和材料的热力特性
１０．３．６微波压力容器的材料组成和相关理化指标
１０．３．７参数的定义和最新检测方法探讨
１０．３．８压力和温度传感技术
１０．３．９消解系统设计
１０．４微波消解方法
１０．４．１样品制备目标和原则
１０．４．２酸与样品分解
１０．４．３酸和混合酸的重要特性
１０．４．４微波消解酸选择的准则
１０．５微波消解方法实例
１０．５．１医学与生物样品
血液（人体）
脑、肺组织（狗）
发（人）
骨
维生素和无机物（药）片剂
１０．５．２食品及食品制品
牛肉及腊肠制品
旗鱼组织
蛤和蚝酱
肝脏（ＮＢＳ　ＳＲＭ　１５７７ａ）
浓缩精制婴儿奶粉或大豆粉
小麦面粉（ＮＢＳ　ＳＲＭ　１５６７）
稻米粉末（ＮＢＳ　ＳＲＭ　１５６８）
水果酱和果肉（橘子和菠萝）
酒（配制葡萄酒）
玉米油
玉米淀粉
果糖
动物饲料
椰子
饼
大豆、蚕豆粉（４８％蛋白质）
大米、稻茎、稻壳、稻叶、稻根
醋制青豆
罐头蘑菇、枸杞子、洗面奶、甘草膏
螺旋藻类
茶叶（ＧＢＷ　０７６０５）
中药（牛黄清心丸）
１０．５．３环境与废水
废水（排放水或河川污水）

废水（排放水或河川污水）
废水
废水
酯纤维素滤纸
河沉积物（ＮＢＳ　ＳＲＭ　１６４５）
淤泥（ＥＰＡ消化城市淤泥、干燥）
在醋酸纤维素滤纸中的碳微粒
乙烯基丙烯基系纤维
１０．５．４植物材料
柑桔叶子（ＮＢＳ　ＳＲＭ　１５７２）
蕃茄叶子（ＮＢＳ　ＳＲＭ　１５７３）
松树针叶（ＮＢＳ　ＳＲＭ　１５７５）
木材（黄松）
灵芝
１０．５．５陶瓷和无机物
普通水泥（ＮＢＳ　ＳＲＭ　６３３，６３５，６３６，６３７）
硼硅（酸盐）玻璃纤维制品
二氧化钛（涂有铝土的）
二氧化钛矿渣
（白）陶土（用水搅拌或烧成碳）
硼
三氧化二铬
１０．５．６地质矿产
土壤
土壤（８０目）
土壤
土壤（粒径０．０８mm）
二氧化硅
铂铱矿石
镍矿石
冷却塔水垢
沸石催化剂
贵重金属矿石（Ａu、Ａg、Ｐt、Ｐd）
三氧化二铝（ＮＢＳ　ＳＲＭ　６９９）
干燥原煤
１０．５．８金属
氧化铁、锶铁
铁矿石
不锈钢合金
铜渣、铅渣、钢渣
镍铬合金
铅切屑
贵重金属悬浮物富集
五氧化铌
钢铁、合金
１０．５．９有机物和聚合物
乙酸纤维制品
有机色素
天燃油
油田钻泥浆
油（ＮＢＳ　ＳＲＭ　１０８４，１０８５）
７０＃９０＃汽油

聚乙烯
聚酯
ＡＢＳ塑料
聚丙烯、聚乙烯
环氧树脂石墨复合物
感光性树脂
残留油（ＮＢＳ　ＳＲＭ　１６３４６）
防污漆
１０．５．１０化妆品
化妆品粉类
香波
洗面奶
雪宝养颜宝典
１０．６样品分解时间与试剂容积
１０．７微波消解的安全
１０．８密闭容器中湿消化的安全方面
１０．９密闭容器基本操作常识
１０．９．１容器安装步骤
１０．９．２容器安全排气步骤
１０．９．３容器清洗步骤
１０．９．４最新硬件全面安全的可靠性探讨
１０．１０结语
参考文献
第１１章　　实验安全与防护
第１２章　　附录
附录１　　无机试样制备方法汇总表
附录２　　原子量表
附录３　　单位换算系数表
附录４　　标准储备溶液的配制
附录５　　金属氧化物标准储备溶液的配制
附录６　　非水标准储备溶液的配制
附录７　　金属及金属化合物之间的换算系数表
附录８　　有机试剂简称与中文名称对照表
附录９　　各种酸浓度的换算表
附录１０　　试剂的规格
附录１１　　各种溶剂分解试样种类
附录１２　　各种熔剂分解试样种类
附录１３　　各种金属及合金的分解溶（熔）剂
附录１４　　矿石的增压分解条件
附录１５　　金属及其化合物的溶解方法
附录１６　　缓冲溶液的配制
附录１７　　部分微波产品简介
附录１８　　元素周期表