

智能电热消解仪常用消解方法

莱伯泰科应用部

电热消解仪是酸消解样品的前处理设备，采用先进的一体环绕式加热，由特富隆涂层的铝合金或石墨作为主体，抗腐蚀且对样品无污染。

- ◇ 电热消解仪采用精确控温方式
- ◇ 采用程序化自动升温技术
- ◇ 使用一次性或重复使用的消解装置

电热消解仪—常用消解方法

常用消解用酸

硝酸（ HNO_3 ），沸点 120°C

金属和合金可用硝酸氧化为相应的硝酸盐，这些硝酸盐通常易溶于水。部分金属元素，如Au、Pt、Nb、Ta、Zr不被溶解。Al和Cr不易被溶解。硝酸可溶解大部分的硫化物。

盐酸（ HCl ），沸点 110°C

HCl不属于氧化剂，通常不用来消解有机物。HCl在高压与较高温度下可与许多硅酸盐及一些难溶氧化物、硫酸盐、氟化物作用，生成可溶性盐。许多碳酸盐、氢氧化物、磷酸盐、硼酸盐和各种硫化物都能被盐酸溶解。

高氯酸（ HClO_4 ），沸点 130°C

是一种强氧化剂，能彻底分解有机物。但高氯酸直接与有机物接触会发生爆炸，因此，通常都与硝酸组合使用。或先加入 HNO_3 反应一段时间后再加入 HClO_4 。

HClO_4 大都在常压下的预处理时使用，较少用于密闭消解中，要慎重使用。

氢氟酸（ HF ），沸点 112°C

能有效地使硅酸盐变成可挥发的 SiF_4 ，而留下其他要测量的元素。少量HF与其他酸相结合使用，可有效地防止样品中待测元素形成硅酸盐。

硫酸 (H_2SO_4)，沸点 338°C

硫酸是许多有机组织、无机氧化物、合金、金属及矿石等的有效溶剂。它几乎可以破坏所有的有机物。浓 H_2SO_4 的沸点是 338°C ，一般不单独用 H_2SO_4 ，而是与 HNO_3 一起组合使用。

磷酸 (H_3PO_4)，沸点 158°C

热 H_3PO_4 适用于消解那些用 HCl 消解时会使某些特定痕量组分挥发损失的铁基合金,磷酸还可溶解铬矿、氧化铁矿、铝炉渣等。

消解常用混酸

王水， $\text{HCl}:\text{HNO}_3=3:1 \text{ v/v}$

王水需现配现用。王水可用来溶解许多金属和合金，其中包括钢、高温合金钢、铝合金、铋、铬和铂族金属等。植物体与废水也常使用它来进行消化。王水可从硅酸盐基质中酸洗出部分金属，但无法有效的加以完全溶解。除王水外，硝酸和盐酸还常以另外的比例混合在一起使用，所谓的勒福特（Lefort）王水，也叫逆王水，是三份硝酸与一份盐酸的混合物。可用来溶解氧化硫和黄铁矿。

$\text{HNO}_3:\text{H}_2\text{SO}_4$ ，常用的比例为 $1:1(\text{v/v})$

这种混酸的最高温度仅比单纯 HNO_3 时的最高温度高 10°C 左右。高温条件下，易于形成硫酸盐络合物，还具有脱水和氧化的性质。通常在完成最初的消化后，可加入 H_2O_2 以完成消化。但是，只有当液量减少且冒 SO_2 气体后才能添加 H_2O_2 。用它消解的样品有：聚合物、脂肪及有机物质。

$\text{HNO}_3:\text{HF}$ ，常用比例为 $5: 1 (\text{v/v})$

用其他方法很难处理的一些金属和合金，能与这种混合酸反应而被溶解。这种混合酸对于溶解金属钛、铌、钽、锆、钨及其合金特别有效，也可用来溶解铍、锡及锡合金、各种碳化物及氮化物、铀及钨矿石、硫化物矿石及各种硅酸盐。

$\text{H}_2\text{SO}_4:\text{H}_3\text{PO}_4$ ，常用的比例为 $1:1 (\text{v/v})$

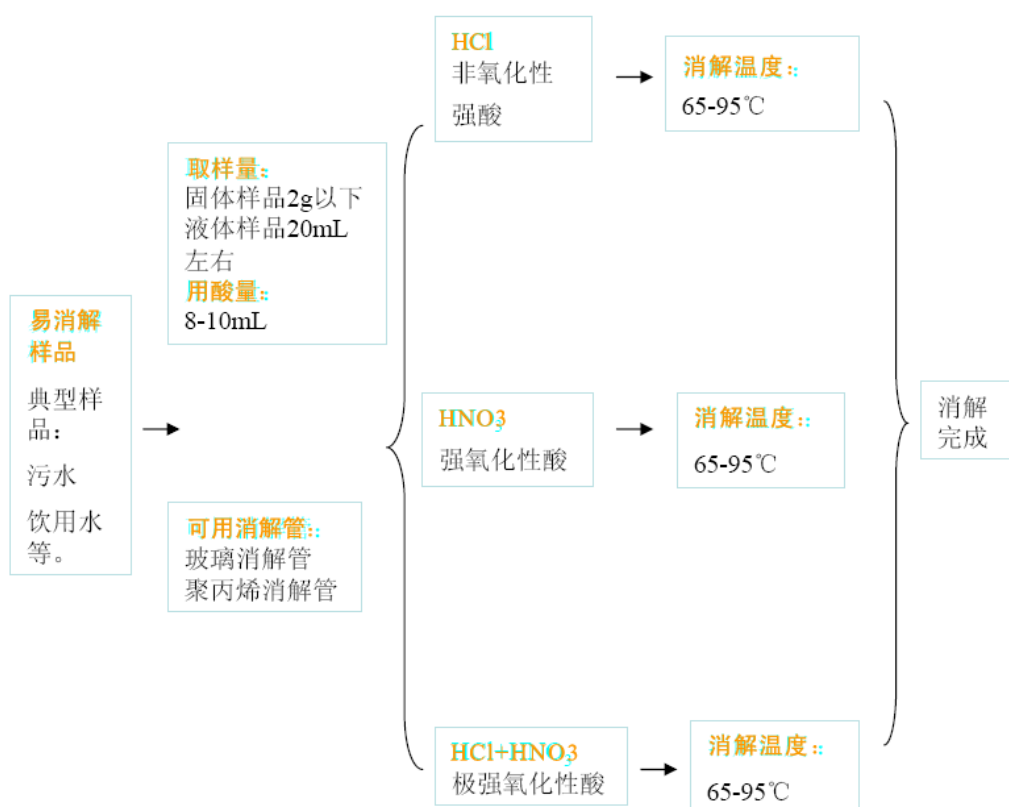
此种混合酸可在低压下产生极高的温度，因此要小心使用。 H_3PO_4 的作用是充当助溶剂。用于消解陶瓷，尤其是一些含铝高的陶瓷和耐火材料等。

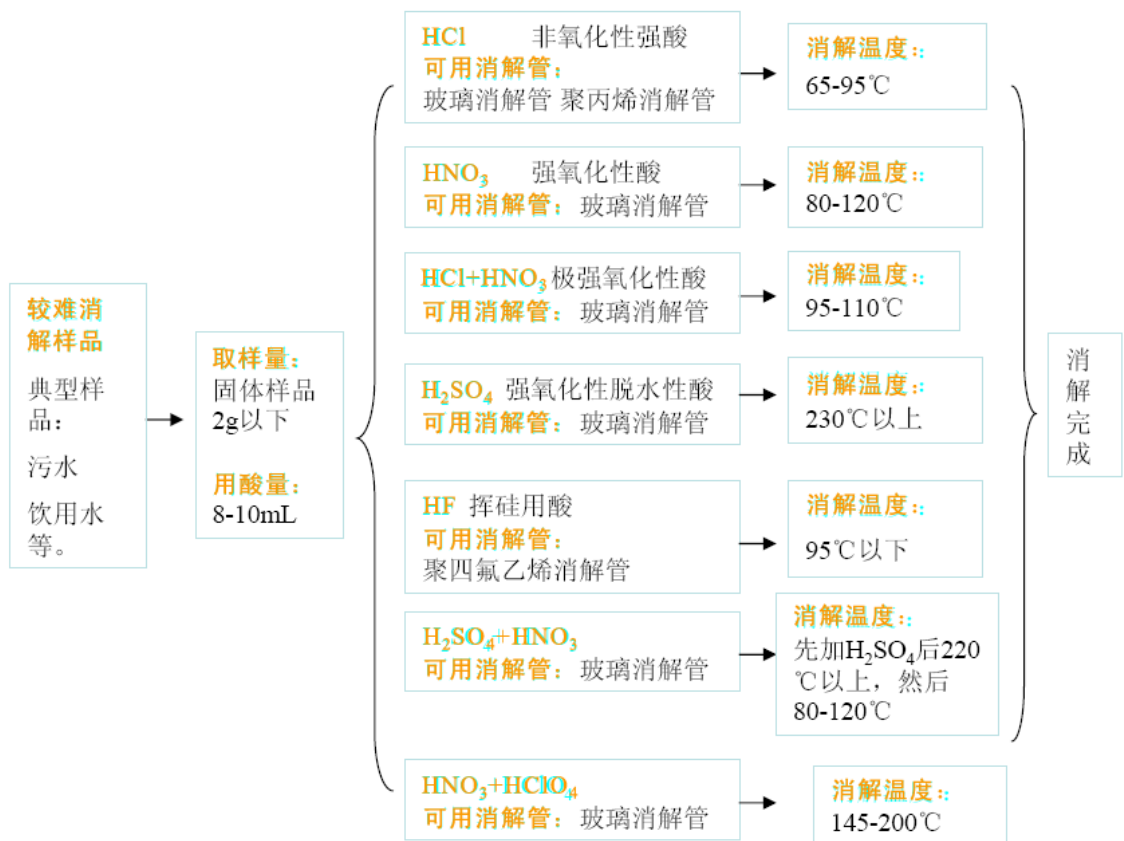
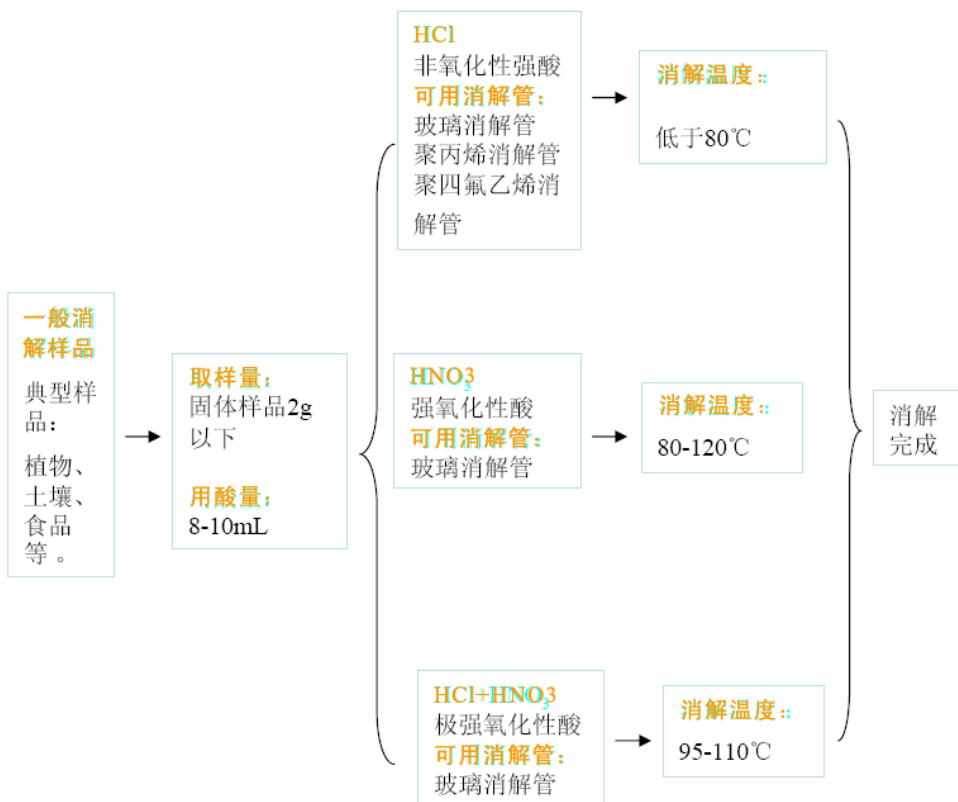
HNO_3 、 HCl 、 HF 混酸

先配制王水（ $HCl:HNO_3=4:1,v/v$ ），再将王水: $HF=7:3$ （ v/v ）配制。或者以

$HNO_3:HCl:HF=5:15:3$ 配制（ v/v ）。这种混酸适用于消解合金、矽酸盐、岩石、熔渣、沸石、玻璃、陶瓷等。

消解用酸选择





莱伯泰科电热消解仪常见样品消解方法

莱伯泰科应用部

环境领域

土壤的消解

仪器：ED36 聚四氟乙烯消解管

- 试剂：
1. 盐酸（HCl）： $\rho=1.19\text{g/mL}$ ，优级纯
 2. 硝酸（HNO₃）： $\rho=1.42\text{g/mL}$ ，优级纯
 3. 氢氟酸（HF）： $\rho=1.49\text{g/mL}$
 4. 高氯酸（HClO₄）： $\rho=1.68\text{g/mL}$ ，优级纯

- 步骤：
1. 称取土壤样品0.2-0.5g于聚四氟乙烯消解管中，加入10mL盐酸HCl，插入消解孔中。
 2. 设定消解仪温度为100℃，加热至样品剩余少量后取下冷却。
 3. 加入5mL硝酸HNO₃、5mL氢氟酸HF、3mL高氯酸HClO₄，加盖。
 4. 设定消解仪温度为170℃，升温加热约1h，冷却后开盖。
 5. 继续加热挥硅，升温到200℃，待冒浓白烟蒸至少量后，取下冷却，液体呈透明。

污水的消解

仪器：ED36 聚丙烯消解管或玻璃消解管

试剂：

1. 硝酸（HNO₃）： $\rho=1.42\text{g/mL}$ ，优级纯
2. 硫酸（H₂SO₄）： $\rho=1.84\text{g/mL}$ ，分析纯
3. 高锰酸钾（KMnO₄）：5%

步骤：

1. 取20mL样品（或适量）于聚丙烯消解管中。
2. 加入0.5mL硝酸HNO₃、1mL硫酸H₂SO₄，均匀混合样品。
3. 加3mL5%的高锰酸钾KMnO₄溶液放置15分钟，如果样品由紫色或者褐色褪色，则再加2 ml高锰酸钾KMnO₄溶液。
4. 把盖子放置在消解管上留一点缝隙以允许有一点压力存在，但是不要让太多的烟雾留出。
5. 95℃加热回流2小时，保持不沸腾。
6. 冷却后样品消解完毕。

食品领域

大米的消解

仪器：ED36 玻璃消解管

试剂：

1. 硝酸（HNO₃）： $\rho=1.42\text{g/mL}$ ，优级纯
2. 高氯酸（HClO₄）： $\rho=1.68\text{g/mL}$ ，优级纯

步骤：

1. 称取已粉碎并通过100目筛下的大米样本1.0g 于消解管中,塞上带孔管塞,加入10mL混合酸HNO₃+ HClO₄ (4+1), 放置过夜。
2. 塞上带孔管塞, 插入消解仪消解孔中, 设置消解仪温度为65℃, 缓慢加热使样品与酸完全混合, 保持65℃ 15min。
3. 升温到100℃, 此时, 消解管中充满红棕色浓烟, 保持30min, 样品消解, 样品溶液透明, 呈淡黄色。
4. 打开管塞, 升温到180-190℃, 赶走多余的酸, 溶液无色清亮, 约2ml左右。

鱼肉的消解

仪器: ED36 玻璃消解管

试剂:

1. 硝酸 (HNO₃): ρ=1.42g/mL, 优级纯
 2. 高氯酸 (HClO₄): ρ=1.68g/mL, 优级纯
- 步骤: 1. 将鱼肉在120℃烘干, 用玛瑙研钵研碎, 称取已研碎的样品0.5g 于消解管中, 加入8mL 硝酸HNO₃。
2. 塞上带孔管塞, 插入消解仪消解孔中, 设置消解仪温度为130℃, 从室温约15min升到130℃。
 3. 升温到130℃后, 使酸回流清洗试管内壁, 保持20min, 溶液基本澄清。
 4. 取下冷却, 加约2 mL 高氯酸HClO₄。
 5. 设定温度到190-200℃, 插入消解仪消解孔中, 继续加热到白烟基本冒尽, 溶液剩1-2 mL, 溶液澄清透明, 基本为无色。

牛奶的消解

仪器: ED36 玻璃消解管

试剂:

1. 硝酸 (HNO₃): ρ=1.42g/mL, 优级纯
 2. 高氯酸 (HClO₄): ρ=1.68g/mL, 优级纯
- 步骤:
1. 取牛奶5mL于50mL消解管中, 加入10mL硝酸HNO₃。
 2. 塞上带孔管塞, 插入消解仪消解孔中, 设置消解仪温度为120℃, 从室温约15min升到120℃。
 3. 消解仪升温的过程中, 酸回流清洗试管内壁, 升温到120℃后保持60min, 溶液基本澄清。
 4. 取下冷却, 加约2 mL高氯酸HClO₄。
 5. 设定温度到180-190℃, 插入消解仪消解孔中, 继续加热到白烟基本冒尽。

葡萄干的消解

仪器: ED36 玻璃消解管

试剂:

1. 硝酸 (HNO₃): ρ=1.42g/mL, 优级纯
- 步骤:
1. 称取葡萄干样品0.5g 于消解管中, 加入8mL硝酸HNO₃。
 2. 塞上带孔管塞, 插入消解仪消解孔中, 设置消解仪温度为130℃, 从室温约

15min升到130℃。

3. 升温到130℃后，使酸回流清洗试管内壁，保持30min，溶液澄清。

样品称取量、加酸量、消解温度、加热时间仅作为参考，在实际操作中，可根据样品种类的不同调整各个参数，以达到最好的消解效果。

植物领域

蔬菜的消解

仪器：ED36 玻璃消解管

试剂：

1. 硝酸（HNO₃）：ρ=1.42g/mL，优级纯
2. 高氯酸（HClO₄）：ρ=1.68g/mL，优级纯

步骤：

1. 取新鲜蔬菜的可食用部分，依次用自来水、二次蒸馏水洗净，将其表面水晾干，置烘箱内100-105℃恒温烘干，取出后研细，置于干燥器中。
2. 称取已粉碎研细的蔬菜样品0.5g于消解管中，塞上带孔管塞，加入15mL混合酸HNO₃+ HClO₄（4+1），放置过夜。
3. 设置消解仪温度为65℃，将消解管插入消解孔中，使酸回流清洗试管内壁，使样品与酸完全混合，保持10min。
4. 升温到100℃，此时，消解管中充满红棕色浓烟，保持30min消解样品，如果样品没有完全消解，冷却后补加5mL混酸HNO₃+ HClO₄（4+1），重新设置温度，继续消解到样品溶液透明，呈淡黄色。

银杏叶提取物的消解

仪器：ED36 玻璃消解管

试剂：

1. 硝酸（HNO₃）：ρ=1.42g/mL，优级纯

步骤：

1. 称取样品0.5g加入到消解管中，加入8.0mL硝酸HNO₃，插入消解孔中。
2. 盖上管塞，将电热消解仪设定到120℃。
3. 升温到130℃后，使酸回流清洗试管内壁，保持20min，溶液基本澄清。
4. 升到130℃后，继续消解1.5-2h，至淡黄色澄明液体后取下。
5. 升温到160℃，继续加热适当时间。

茶叶的消解

仪器：ED36 玻璃消解管

试剂：

1. 硝酸（HNO₃）：ρ=1.42g/mL，优级纯
2. 高氯酸（HClO₄）：ρ=1.68g/mL，优级纯
3. 过氧化氢（H₂O₂）：30%，分析纯

步骤：

1. 称取已粉碎并通过120目筛下的茶叶样本0.5g于消解管（硬质玻璃管）中，加入10mL硝酸HNO₃，塞上带孔管塞，放置过夜。
2. 插入消解仪消解孔中，设置消解仪温度为65℃，缓慢加热使样品起泡混合，保持65℃恒温15min。
3. 升温到135℃，保持1h，消解样品。
4. 如消解不完全，冷却后补加5mL混合酸HNO₃+ HClO₄（4+1），或滴加过氧化氢H₂O₂，升温并保持温度，至溶液透明。
5. 升温到160℃，赶酸至2mL左右。

化妆品领域

化妆品的消解

仪器：EHD36 玻璃消解管

试剂：

1. 硝酸（HNO₃）：ρ=1.42g/mL，分析纯
2. 硫酸（H₂SO₄）：ρ=1.84g/mL，分析纯

步骤：

1. 化妆品一般含有乙醇、甘油等有机成分，需要预先将溶剂挥发。取1.0g样品，置于消解管中，设定温度为90℃，加热5-10min，驱走有机溶剂。
2. 取下加5mL水、10-15mL硝酸HNO₃，放置片刻后，继续加热5min，取下。
3. 加入5mL硫酸H₂SO₄，设定温度为350℃，加热至产生白烟，取下定容。

产品质量控制领域

油漆涂料的消解

仪器：ED36 玻璃消解管

试剂：

1. 硝酸（HNO₃）：ρ=1.42g/mL，优级纯
2. 高氯酸（HClO₄）：ρ=1.68g/mL，优级纯
3. 过氧化氢（H₂O₂）：30%，分析纯

步骤：1. 取干燥后的油漆碎片0.2g置于消解管中，加10mL硝酸HNO₃，设定温度为160℃，加热样品。

2. 在此过程中，多次补加1-2mL过氧化氢H₂O₂，最后加1mL高氯酸HClO₄，加热到样品基本溶解。

3. 设定消解仪温度为180℃，继续加热，至消解管中液体少量，定容待测。

注：由于油漆中会有一些无机添加剂，最后可能会有混浊，过滤后可测定。

冶炼采矿领域

粉煤灰的消解

仪器：ED36 玻璃消解管

试剂：

1. 硝酸 (HNO₃) : ρ=1.42g/mL, 优级纯
2. 硫酸 (H₂SO₄) : ρ=1.84g/mL, 分析纯
3. 盐酸 (HCl) : ρ=1.19g/mL, 分析纯
4. 氢氟酸 (HF) : ρ=1.49g/mL
5. 硼酸

步骤1. 取0.5g样品, 置于消解管中, 加10mL王水 (HNO₃: HCl=1: 3)、4mL氢氟酸HF。

2. 设定温度为100℃, 升温速率为120℃/h, 保持120min。
3. 取下冷却到室温, 加2g硼酸, 继续加热10min。
4. 过滤后, 待测。

科研领域

血样的消解

仪器：ED36 玻璃消解管

试剂：

1. 硝酸 (HNO₃) : ρ=1.42g/mL, 优级纯
2. 高氯酸 (HClO₄) : ρ=1.68g/mL, 优级纯

步骤1. 取血液2mL, 置37度水浴中保温10min, 经3000转/分离心10min, 分离出血清备检测。

2. 准确取血清5mL置于消解管中, 加入混酸 (HNO₃: HClO₄=20: 1) 2mL, 边加边摇动, 摇匀, 放置10min后, 插入消解孔中, 设定温度为120度, 待硝酸分解后, 设定温度到180-190℃, 使白烟冒尽, 蒸发至近干, 取下。
3. 加1mL蒸馏水, 继续加热赶酸两次。
4. 冷却后, 加蒸馏水溶解残留物, 摇匀待测。

尿样的消解

仪器ED36 玻璃消解管

试剂：

1. 硝酸 (HNO₃) : ρ=1.42g/mL, 优级纯
2. 过氧化氢 (H₂O₂) : 30%, 分析纯

步骤：

1. 取尿样10mL于消解管中, 加入2mL硝酸HNO₃, 摇匀, 放置10min。
2. 设定消解仪温度为120℃, 加热至沸, 期间滴加2mL过氧化氢H₂O₂, 彻底消解, 继续加热至无色, 取下冷却。
3. 加入少量蒸馏水溶解残留物, 定容, 待测。