

微波消解鱼粉

1 前言

鱼粉用一种或多种鱼类为原料，经去油、脱水、粉碎加工后的高蛋白质饲料原料。鱼粉富含 B 族维生素，尤以维生素 B12、B2 含量高；鱼粉中含有促生长的未知因子，这种物质还没有提纯成化合物，这种物质可刺激动物生长发育；鱼粉还是良好的矿物质来源，钙、磷的含量很高，且比例适宜，鱼粉的含硒量很高，可达 2mg/kg 以上。此外，鱼粉中碘、锌、铁、硒的含量也很高，并含有适量的砷。为了检测鱼粉中的多种无机元素含量，采用微波消解的方法对样品进行前处理，该方法速度快、空白低、污染小，有利于后续检测设备对多种无机元素快速有效测定。

2 仪器与试剂

2.1 仪器

新仪 TANK 微波消解仪，TK-12 赶酸器，分析天平(十万分之一)，



2.2 试剂

硝酸(68%)，过氧化氢(30%)

3 实验方法

3.1 消解方法探究

鱼粉主要成分是碳水化合物，需要添加具有氧化性的试剂来进行消解，硝酸具有很强的酸性及氧化性，因此我们首先选用硝酸来进行实验。

称取鱼粉样品约 0.1g (精确至 0.1mg)，置于消解罐底部，加入 8mL 硝酸，静置 10min 左右，组装消解罐，按照如下设置参数进行消解实验：

阶段	温度/℃	压力/Mpa	升温时间/min	保温时间/min
1	180	3	13	20

实验结束后，待冷却至 60℃以下，取出消解罐转移至通风橱中打开，赶酸稀释后，消解液中含有少量絮状漂浮物。

重新称取鱼粉样品约 0.1g (精确至 0.1mg)，置于消解罐底部，加入 8mL 硝酸和 1mL 过氧化氢，静置 15min 左右，组装消解罐，按照如下设置参数进行消解实验：

阶段	温度/℃	压力/Mpa	升温时间/min	保温时间/min
1	200	3	15	20

实验结束后，赶酸稀释后样品可完全溶解。

3.2 取样量

通过实验发现，当实验选择的鱼粉样品取样量达到 0.25g 时，实验压力超过 3MPa，为了保证实验安全性，需要添加预处理步骤。

4 结果

实验选择的鱼粉样品，取样量在 0.25g 以内，采用硝酸+过氧化氢的混酸体系进行实验，最高温度 200℃，保温 20min 左右，即可完全溶解，如果要增大取样量，需添加预处理步骤，且最大取样量不得超过 0.5g。

注意事项

1. 预处理是在添加样品与硝酸后，将消解罐放置在赶酸器上低温加热，使样品初步分解的过程。
2. 以不同种类鱼制成的鱼粉成分有一定差别，应根据实际要求，选择最佳的实验参数。