

鱼类食品中铅的危害 | 鱼类样品前处理方法——湿法消解和微波消解

鱼类食品，因其含有丰富的营养物质，是人们比较忠爱的食品。但随着环境的污染，养殖条件的改变，以及食品加工技术的影响，鱼类食品中重金属污染的状况也越来越严重。铅，作为重金属检测元素中最常见的污染物质，其含量通常较低，但危害性极大。临床医学上证明，铅能够侵害神经系统，引发头痛、头晕、疲乏、烦躁易怒、失眠，晚期可发展为铅脑病，引起幻觉、谵妄、惊厥等。而长期接触铅含量较低的食品，同样会引起慢性铅中毒。因此，准确测定鱼类食品中铅含量，对于有效控制铅中毒，是很有必要的。

在《GB5009.12-2017 食品国家安全标准 食品中铅的测定》中，鱼类食品主要采用湿法消解或微波消解法来进行样品前处理。

该方法既能很好的将样品消解完全，又能保证样品的回收率，最大限度地保证测定数据的准确。北京美诚根据该国家标准，结合美诚样品前处理设备的性能特点(石墨消解器和微波消解仪)，对该方法进行了验证，总结出适合美诚产品的湿法消解条件和微波消解条件如下。

在该实验过程中需使用的仪器有：石墨消解器、微波消解仪、超纯水器、万分之一天平。

-

湿法消解：

-

使用仪器：美诚 DR-15N 石墨消解器、超纯水器 MW-D10



DR-15N 石墨消解器



超纯水器 MW-D10

实验步骤：

称取鱼类样品 0.5g~3g（精确至 0.001g）于消解管中，加入 10mL 混酸（硝酸：高氯酸=9:1），在石墨消解器上缓慢升温至 200℃进行消解，同时观察消化液的颜色。若消化液呈棕褐色，再补加 5mL 硝酸，直至冒白烟，消化液呈无色透明或略带黄色。取出消解管，冷却后用超纯水定容至 10mL，混匀，测定。

微波消解法：

使用仪器：美诚 MD6T 微波消解仪和 DR-15 石墨消解器



MD6T 微波消解仪



DR-15 石墨消解器

实验步骤：

称取鱼类样品 0.5g 左右（精确至 0.001g）于微波消解罐中，加入 5mL 硝酸，按照以下程序进行消解。

程序设定：HNO₃ 5ml， H₂O₂ 1ml

工步	设定温度	保持时间	斜率
----	------	------	----

	℃	min	℃/ min
1	120	5	8
2	150	5	8
3	190	10	8

冷却后开罐，取出微波消解内罐，在石墨消解仪于 140℃赶酸至 1mL 左右。消解罐放冷后，将消化液转移至 10mL 容量瓶中，用少量超纯水洗涤消解罐，合并洗涤液于容量瓶中并用超纯水定容至刻度，混匀，测定。

为验证两种样品前处理消解方法的准确度，我们对 GBW（E）100391（草鱼）的质控样品（在国家标准物质平台购买），分别使用微波消解方法和石墨消解方法进行比对，其结果均符合标准。