



中华人民共和国国家标准

GB 5413.22—2010

食品安全国家标准

婴幼儿食品和乳品中磷的测定

National food safety standard

Determination of phosphorus in foods for infants and young children,
milk and milk products

2010-03-26 发布

2010-06-01 实施

中华人民共和国卫生部 发布

前 言

本标准代替GB/T 5413.22-1997《婴幼儿配方食品和乳粉 磷的测定》。

本标准与GB/T 5413.22-1997相比，主要变化如下：

——由硝酸-硫酸-高氯酸三种强酸消化修改为硝酸-高氯酸消化。

本标准所代替标准的历次版本发布情况为：

——GB 5413-1985、GB/T 5413.22-1997。

食品安全国家标准

婴幼儿食品和乳品中磷的测定

1 范围

本标准规定了婴幼儿食品和乳品中磷的测定方法。
本标准适用于婴幼儿食品和乳品中磷的测定。

2 规范性引用文件

本标准中引用的文件对于本标准的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件，仅所注日期的版本适用于本标准。凡是不注日期的引用文件，其最新版本（包括所有的修改单）适用于本标准。

3 原理

试样经酸氧化，使磷在硝酸溶液中与钒钼酸铵生成黄色络合物。用分光光度计在波长 440 nm 处测定吸光度，其颜色的深浅与磷的含量成正比。

4 试剂和材料

除非另有规定，本方法所用试剂均为分析纯，水为 GB/T 6682 规定的三级水。

- 4.1 硝酸：优级纯。
- 4.2 高氯酸：优级纯。
- 4.3 钼酸铵 $[(\text{NH}_4)_6\text{Mo}_7\text{O}_{24} \cdot 4\text{H}_2\text{O}]$ 。
- 4.4 偏钒酸铵 (NH_4VO_3) 。
- 4.5 氢氧化钠 (NaOH) 。
- 4.6 磷酸二氢钾标准品 (KH_2PO_4) 。
- 4.7 2,6-二硝基酚或 2,4-二硝基酚 $[\text{C}_6\text{H}_3\text{OH}(\text{NO}_2)_2]$ 。
- 4.8 硫酸：优级纯。
- 4.9 钒钼酸铵试剂

A 液：25 g 钼酸铵 $[(\text{NH}_4)_6\text{Mo}_7\text{O}_{24} \cdot 4\text{H}_2\text{O}]$ ，溶于 400 mL 水中。

B 液：1.25 g 偏钒酸铵 (NH_4VO_3) 溶于 300 mL 沸水中，冷却后加 250 mL 硝酸，将 A 液缓缓倾入 B 液中，不断搅匀，并用水稀释至 1 L，贮于棕色瓶中。

- 4.10 氢氧化钠溶液（6 mol/L）：称取 240 g 氢氧化钠，溶于 1000 mL 水中。
- 4.11 氢氧化钠溶液（0.1 mol/L）：称取 4g 氢氧化钠，溶于 1000 mL 水中。

4.12 硝酸溶液（0.2 mol/L）：吸取 12.5 mL 硝酸，用水稀释至 1000 mL。

4.13 磷的标准贮备液（50 μg/mL）：称取在 105 °C ± 1 °C 烘干至恒重的磷酸二氢钾标准品（4.6）0.2197 g，溶于 400 mL 水中，加 8 mL 硫酸（4.8），定容至 1 L。可长久贮存。

4.14 二硝基酚指示剂（2 g/L）：称取 0.2 g 2,6-二硝基酚或 2,4-二硝基酚（4.7）溶于 100 mL 水中。

5 仪器和设备

5.1 天平：感量为 0.1 mg。

5.2 电热板。

5.3 分光光度计。

6 分析步骤

6.1 试样处理

固体试样称取 0.5 g，液体试样称取 2.5 g（精确至 0.1 mg），于 125 mL 三角瓶中，放入几粒玻璃球，加 10 mL 硝酸（4.1），然后放在电热板（5.2）上加热。待剧烈反应结束后取下，稍冷却，再加入 10 mL 高氯酸（4.2），重新放于电热板上加热。若消化液变黑，需取下再加入 5 mL 硝酸（4.1）继续消化，直到消化液变成无色或淡黄色，且冒出白烟，在消化液剩下 3 mL ~ 5 mL 时取下，冷却，转入 50 mL 容量瓶中，定容。同时做空白试验。

6.2 标准曲线的制作

6.2.1 分别吸取磷的标准贮备液（4.13）0 mL，2.5 mL，5 mL，7.5 mL，10 mL，15 mL，分别放入 50 mL 容量瓶中。

6.2.2 加入 10.00 mL 钒钼酸铵试剂（4.9），用水定容至刻度。该系列标准溶液中磷的浓度分别为 0 μg/mL，2.5 μg/mL，5 μg/mL，7.5 μg/mL，10 μg/mL，15 μg/mL。在 25 °C ~ 30 °C 下显色 15 min。用 1 cm 光径比色皿，于波长 440 nm 处测定吸光值。以吸光值为纵坐标，以磷的浓度为横坐标，绘制标准曲线。

6.3 试样测定

吸取试液（6.1）10 mL 于 50 mL 容量瓶中，加少量水后，加 2 滴二硝基酚指示剂（4.14），先用氢氧化钠溶液（4.10）调至黄色，再用硝酸溶液（4.12）调至无色，最后用氢氧化钠溶液（4.11）调至微黄色。以下按 6.2.2 自“加入 10.00 mL 钒钼酸铵试剂……”依法操作。以空白溶液调零。从标准曲线上查得试样溶液中磷的浓度。

7 分析结果的表述

试样中磷的含量按式（1）计算。

$$X = \frac{c \times V \times V_2}{m \times V_1 \times 1000} \times 100 \dots\dots\dots (1)$$

式中：

X ——试样中磷的含量，单位为毫克每百克（mg/100 g）；

c ——从标准曲线中查得试样溶液中磷的浓度，单位为微克每毫升（μg/mL）；

V ——试样消化后定容体积，单位为毫升（mL）；

V_1 ——吸取样液体积，单位为毫升（mL）；

V_2 ——比色液定容体积，单位为毫升（mL）；

m ——样品的质量，单位为克（g）。

以重复性条件下获得的两次独立测定结果的算术平均值表示，结果保留三位有效数字。

8 精密度

在重复性条件下获得的两次独立测定结果的绝对差值不得超过算术平均值的5%。

9 其他

本标准的检出限为 2 mg/100 g。
