

ICS 67.100.10

C



中华人民共和国食品安全国家标准

GB ××××—××××
代替GB/T 5413.22—1997

婴幼儿食品和乳品中磷的测定

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

(征求意见稿)

××××-××-××发布

××××-××-××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。

本标准由中华人民共和国卫生部提出并归口。

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。

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。

本标准的检出限为 20mg/kg。

2 规范性引用文件

下列文件中的条款通过本标准的引用而成为本标准的条款。凡是注日期的引用文件，其随后所有的修改单（不包括勘误的内容）或修订版均不适用于本标准；然而，鼓励根据本标准达成协议的各方研究是否使用这些文件的最新版本。凡是不注日期的引用文件，其最新版本适用于本标准。

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法

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 440nm 处测定吸光度，以定量分析磷的含量。

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/T6682 规定的三级水。

4.1 硝酸：优级纯。

4.2 高氯酸：优级纯。

4.3 钒钼酸铵试剂

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

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

4.4 氢氧化钠： $c(\text{NaOH})$ 为 6mol/L。

称取240g氢氧化钠，溶于1000mL水中。

4.5 硝酸： $c(\text{HNO}_3)$ 为 0.2 mol/L。

吸取12.5mL浓硝酸，用水稀释至1000mL。

4.6 氢氧化钠： $c(\text{NaOH})$ 为 0.1mol/L。

称取4g氢氧化钠，溶于1000mL水中。

4.7 标准贮备液：磷的浓度为 50 $\mu\text{g}/\text{mL}$

称取在 105 $^\circ\text{C}$ 烘干至恒重的磷酸二氢钾（优级纯）0.2197g，溶于 400mL 水中，加 8mL 硫酸，定容至 1L。可长久贮存。

4.8 二硝基酚指示剂：2g/L

称取 0.2g 2, 6-二硝基酚或 2, 4-二硝基酚 $[\text{C}_6\text{H}_3\text{OH}(\text{NO}_2)_2]$ 溶于 100mL水中。

5 仪器和设备

常用实验室仪器及下列仪器设备：

5.1 分析天平：感量 0.1mg。

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0.5g，液体试样称取2.5g（精确至0.1mg），于125mL三角瓶中，放入几粒玻璃球，加10mL浓硝酸（3.1），然后放在电热板上加热。待剧烈反应结束后取下，稍冷却，再加10mL高氯酸（3.2），重新放于电热板上加热。若消化液变黑，需取下再加5mL硝酸（3.1）后继续消化，直到消化液变成无色或淡黄色，且冒出白烟，在消化液剩下3~5mL时取下，冷却，转入50mL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（3.7）0，2.5，5，7.5，10，15mL，于50mL容量瓶中。

6.2.2 加入10.00mL钒钼酸铵试剂（3.3），用水定容至刻度。该系列标准溶液中磷的浓度分别为0，2.5，5，7.5，10，15ug/mL。在25~30℃下显色15min。用1cm光径比色皿，波长440nm，于分光光度计上测定吸光值。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（5.1）10ml（含磷0.2~0.75mg），于50mL容量瓶中，加少量水后，加2滴二硝基酚指示剂（3.8），先用氢氧化钠溶液（3.4）调至黄色，再用硝酸溶液（3.5）调至无色，最后用氢氧化钠溶液（3.6）调至微黄色。其余操作步骤同5.2.2。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 结果计算和表示

试样中磷的含量 X ，以质量分数毫克每百克（mg/100g）表示，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：

c ——从标准曲线中查得磷的浓度， $\mu\text{g/mL}$ ；

V ——试样消化后定容体积，mL；

V_1 ——吸取样液体积，mL；

V_2 ——比色液定容体积，mL；

m ——样品的质量，g。

计算结果以两次独立测定结果的算术平均值表示。保留到小数点后一位。

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%。