SN

中华人民共和国进出口商品检验行业标准

SN/T 0446—95

出口乳制品中磷的检验方法

Method for the determination of phosphorus in milk product for export

1995-12-15发布　　1996-05-01实施

中华人民共和国国家进出口商品检验局　发布

中华人民共和国进出口商品检验行业标准

出口乳制品中磷的检验方法

SN/T 0446—95

Method for the determination of phosphorus in milk product for export

1 主题内容与适用范围

本标准规定了使用分光光度法检验食品中磷含量的方法。

本标准适用于出口乳制品中磷含量的检验。

2 抽样和制样

2.1 检验批

以不超过5000件为一检验批。

同一检验批的商品应具有相同特征，如包装、标记、产地、规格和等级等。

2.2 抽样数量

批量，件	最低抽样数，件
1～500	5
501～1 000	7
1 001～2 000	9
2 001～3 000	11
3 001～4 000	13
4 001～5 000	15

2.3 抽样方法

按2.2规定的抽样件数随机抽取，逐件开启。每件至少取500 g(或相当于500g的袋一袋)作为原始样品，原始样品总量不少于2kg。放入清洁容器内，加封后，标明标记，及时送实验室。

2.4 样品制备

从每袋原始样品中取出部分有代表性样品，充分混匀，用四分法缩分出不少于500g试样。装入清洁容器内，加封后，标明标记。

2.5 样品保存

将试样于－5℃以下冷藏保存。

注：在抽样及制样过程中，必须防止样品受到污染或发生含量的变化。

3 测定方法

3.1 方法提要

样品中的磷酸盐与酸性钼酸铵作用，产生淡黄色的磷钼酸盐，与氯化亚锡生成亮蓝色的络合物——钼蓝，于波长690nm处测定吸光度，与标准比较定量。

3.2 试剂和材料

试剂均为分析纯，水为蒸馏水或去离子水，溶液除特别指明外，均为水溶液。

中华人民共和国国家进出口商品检验局1995-12-15批准　　1996-05-01实施

3.2.1 钼酸铵硫酸水溶液：称取 2.5g 钼酸铵〔$(NH_4)_6Mo_7O_{24}\cdot 4H_2O$〕溶于 15mL 水中，另将 28mL 浓硫酸加到 48mL 水中，冷却后两液合并，用水稀释至 100mL。

3.2.2 氯化亚锡甘油溶液(2.5%)：称取 2.5g 氯化亚锡($SnCl_2\cdot 2H_2O$)于 100mL 甘油中，在温热水浴上促使其溶解，混匀后储于瓶中，可长期使用。

3.2.3 盐酸溶液(6mol/L)。

3.2.4 磷的标准储备液：称取干燥冷却的磷酸二氢钾(KH_2PO_4)2.1968g，加适量水溶解，移入 500mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。该液 1mL 相当于 1mg 磷。

3.2.5 磷标准工作液：吸取磷标准储备液 10mL，用水稀释至 100mL，混匀。该液 1mL 相当于 100μg 磷。

3.3 仪器和设备

3.3.1 分光光度计。

3.3.2 高温马弗炉。

3.4 测定步骤

3.4.1 样品处理

准确称取均匀代表性样品 2g(准确至±0.001g)置瓷坩埚中，小火炭化后移入 500～600℃高温炉中灰化至完全(若灰化不完全，可添加数滴浓硝酸后灰化，直至灰化完全)，取出，冷却后加入盐酸溶液(6mol/L)20mL，加热溶解灰分，然后用水移入 100mL 容量瓶中，加水至刻度，摇匀。

3.4.2 标准曲线的制备

分别吸取磷标准工作液 0.0、0.2、0.4、0.6、0.8.1.0mL 于 50mL 比色管中，各加入 20mL 水，2.0mL钼酸铵硫酸水溶液，0.25mL 氯化亚锡甘油溶液，然后用水稀释至刻度，混匀，放置 20min 后于波长 690nm 处以零管为参比测定吸光度，并绘制标准曲线。

3.4.3 样品测定

吸取样液 1～5mL 于比色管中。加 20mL 水，以下操作同标准曲线制备。

3.4.4 空白试验

除不称取乳制品样品外，均按上述测定步骤进行。

3.5 结果的计算和表述

按下式计算样品中磷含量。

$$X=10\times\frac{C}{W}$$

式中：X——样品中磷含量，mg/100g；

C——从标准曲线上查出的被测样液中磷的含量，μg；

W——测定时所取样品溶液相当于样品的重量，g。

注：计算结果须将空白值扣除。

有效位数保留两位。数值修约按照 GB 8170 进行。

4 测定低限、回收率

4.1 测定低限

本方法的测定低限为 5mg/kg。

4.2 回收率($n=3$)

磷 添 加 量，μg	平均回收率，%
5	96.09
10	99.67
50	94.40

附加说明：

本标准由中华人民共和国国家进出口商品检验局提出。

本标准由中华人民共和国浙江进出口商品检验局负责起草。

本标准主要起草人鲍晓霞。