

NY

中华人民共和国农业行业标准

NY/T 1018—2006

蔬菜及其制品中磷的测定

Determination of phosphorus content in vegetables
and derived products

MACY INSTRUMENT
专业光度计系列生产厂家
HTTP://www.macylab.com TEL:400-616-4686

2006-01-26 发布

2006-04-01 实施



中华人民共和国农业部 发布

前 言

本标准由中华人民共和国农业部提出并归口。

本标准由农业部食品质量监督检验测试中心(济南)负责起草。

本标准主要起草人:张丙春、滕葳、王磊、孟立红、聂燕、丁蕊艳。

 **美析仪器**
MACY INSTRUMENT
专业光度计系列生产厂家
HTTP://www.macylab.com TEL:400-616-4686

蔬菜及其制品中磷的测定

1 范围

本标准规定了蔬菜及其制品中磷的测定方法。

本标准适用于蔬菜及其制品中磷的测定。

2 原理

样品经酸消解后,在酸性条件下磷与钼酸铵结合成磷钼酸铵。此化合物经对苯二酚、亚硫酸钠还原成蓝色化合物——钼蓝。用分光光度计在波长 660 nm 处测定钼蓝的吸光度(值),其吸光度(值)与磷含量成正比,与标准系列比较定量。

3 试剂

除非另有说明,在分析中使用优级纯试剂和二级以上纯水。

3.1 盐酸溶液[$\psi(\text{HCl} + \text{H}_2\text{O}) = 1 + 1$]:分别量取 50 mL 盐酸、50 mL 水,混匀。

3.2 硝酸—高氯酸混合溶液[$\psi(\text{HNO}_3 + \text{HClO}_4) = 4 + 1$]:分别量取 80 mL 硝酸、20 mL 高氯酸,混匀。

3.3 硫酸溶液[$\psi(\text{H}_2\text{SO}_4) = 15\%$]:吸取 15 mL 硫酸缓缓加入 80 mL 水中混匀,冷却后用水稀释至 100 mL。

3.4 钼酸铵溶液:50 g/L。称取 5 g 钼酸铵[$(\text{NH}_4)_6\text{Mo}_7\text{O}_{24} \cdot 4\text{H}_2\text{O}$],用硫酸溶液(3.3)稀释至 100 mL。

3.5 对苯二酚溶液:5 g/L。称取 0.5 g 对苯二酚[$\text{C}_6\text{H}_4(\text{OH})_2$]溶于 100 mL 水中,并加入一滴硫酸(减缓氧化作用)。

3.6 亚硫酸钠溶液:200 g/L。称取 20 g 亚硫酸钠(Na_2SO_3)溶于 100 mL 水中。此溶液现用现配,否则可使钼蓝溶液发生浑浊。

3.7 磷标准贮备液:100 mg/L。

3.7.1 磷国家标准溶液。

3.7.2 准确称取 $0.4394 \text{ g} \pm 0.0001 \text{ g}$ 在 105°C 下干燥的基准磷酸二氢钾(KH_2PO_4),置于烧杯中,用水溶解后转移至 1 000 mL 容量瓶,并稀释至刻度。

3.8 磷标准使用液:10.0 mg/L。

准确吸取 3.7.1 或 3.7.2 磷标准贮备液 10.00 mL,置于 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度。

4 仪器

所用玻璃容器均用自来水反复冲洗,然后用水洗净晾干;所用器皿应避免与金属或橡胶制品接触,严防污染。

4.1 分光光度计。

4.2 天平:精度 $\pm 0.0001 \text{ g}$ 。

4.3 组织捣碎机及球磨机。

4.4 可调式电热板。

5 试样制备

新鲜蔬菜用自来水冲洗干净后,再用水冲洗,吸去表面水分。用四分法取可食部分切碎,捣成匀浆,备用。

蔬酱及液体制品,充分混匀直接取样。

冷冻及罐藏品应预先在密闭容器中解冻,全部倒出,取可食部分制成匀浆。

干制品用球磨机研磨过 40 目筛,备用。

6 分析步骤

6.1 试样分解

警告:消解中使用高氯酸有爆炸危险,整个消解要在通风橱中进行。注意不要煮干,并严防炭化。

称取鲜样 5 g~20 g 或干样 0.5 g~2.5 g(精确至 0.000 1 g)于 150 mL 锥形瓶中,含乙醇或二氧化碳的样品,先在电热板上低温加热除去乙醇或二氧化碳;加 15 mL 混合酸(3.3),加盖小漏斗放置片刻,置于电热板上低温缓缓加热,待作用缓和再升温继续消解。若消解液剩余约 5 mL 时仍有未分解物质或色泽变深,取下稍冷,补加硝酸 3 mL~5 mL,再消解至 5 mL 左右观察,如此重复至无上述现象,注意避免炭化。继续加热至冒白烟,消解液呈无色透明或略带黄色即消解完全。加几毫升水,加热以除去多余的硝酸,待锥形瓶中液体接近 2 mL~3 mL 时,取下冷却。加 2.0 mL 盐酸(3.1)稍加热,将试样分解液洗入 50 mL 容量瓶中,用水分次洗涤锥形瓶,洗液并入容量瓶中,并稀释至刻度。

以水代替样品,按同一操作方法同时做试剂空白试验。

6.2 测定

6.2.1 标准曲线的绘制

分别吸取磷标准使用液(3.8)0.00、2.50、5.00、10.00、15.00、20.00 mL,置于 50 mL 容量瓶中,依次加入 4.0 mL 钼酸铵溶液(3.4)摇匀,静置几秒钟。加入 2.0 mL 亚硫酸钠溶液(3.6),2.0 mL 对苯二酚溶液(3.5)摇匀,用水稀释至刻度。则标准系列浓度为:0.00、0.50、1.00、2.00、3.00、4.00 mg/L。室温 20℃ 以上放置 30 min 后,用 1 cm 比色杯,以零管溶液调节零点,于分光光度计 660 nm 波长处测定吸光度(值)。以磷含量为横坐标,吸光度(值)为纵坐标,计算出直线回归方程或绘制标准曲线。

6.2.2 样品测定

准确吸取试样分解液(6.1)1.00 mL~5.00 mL 及同量的空白溶液,分别置于 50 mL 容量瓶中,以下按 6.2.1 自“依次加入 4.0 mL 钼酸铵溶液(3.4)摇匀”起依法操作。以测得的吸光度(值)由直线回归方程计算出或由标准曲线查得试样测定液中磷含量。

若试样测试液吸光度(值)大于标准系列最高点吸光度(值),则应将测试液稀释后重新测定。

7 计算

样品中磷含量用质量分数 w 表示,单位以百分率(%)计,按公式(1)计算:

$$w = \frac{\rho \times V_3}{m} \times \frac{V_1}{V_2} \times 10^{-4} \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中:

ρ ——试样测定液中磷质量浓度,单位为毫克每升,mg/L;

V_3 ——试样测定液显色体积,单位为毫升,mL;

V_1 ——试样分解液定容体积,单位为毫升,mL;

m ——试样质量,单位为克,g;

V_2 ——测定用分取试样分解液体积,单位为毫升,mL。

若测试液经过稀释,则在计算时加入稀释倍数。

计算结果表示至三位有效数字。当含量小于0.1%时,表示两位有效数字。

8 精密度

在重复条件下获得的两次独立测定结果的绝对差值不应超过算术平均值的10%。

MACY 美析仪器
MACY INSTRUMENT
专业光度计系列生产厂家
HTTP://www.macylab.com TEL:400-616-4686

美析仪器

宝应西郊中品镇工业园区

邮编:225600

电话:400-616-4686

总机:0514-86111111

(南京、杭州、上海、北京、天津)

025-86111111 0571-86111111 021-86111111 010-86111111

022-86111111 020-86111111

0755-86111111 0371-86111111

地址:宝应西郊中品镇工业园区

邮编:225600 电话:400-616-4686

0514-86111111 0571-86111111

021-86111111

010-86111111

020-86111111

0755-86111111 0371-86111111



8005-8701-1111