

ICS 67.050
B 50
备案号: 25985-2009

DB44

广东省地方标准

DB44/T 657—2009

水产品中磷酸盐的测定

Determination of phosphate in aquatic products

2009-08-06 发布

2009-12-01 实施

广东省质量技术监督局 发布

前 言

本标准由广东省海洋与渔业局提出。

本标准由中国水产科学研究院南海水产研究所质量与标准化技术研究中心归口。

本标准起草单位：中国水产科学研究院南海水产研究所。

本标准主要起草人：戚勃、杨贤庆、李来好、郝淑贤、陈胜军。

水产品中磷酸盐的测定

1 范围

本标准规定了水产品中磷酸盐的测定方法。

本标准适用于水产品可食部分中磷酸盐含量的测定。

本方法检出限为100 mg/kg；线性范围为0.8 μg ~100 μg 。

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可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

样品经灰化除去有机物后，其中的磷酸盐与酸性钼酸铵作用，再经抗坏血酸还原，生成蓝色络合物钼蓝。在一定浓度范围内，磷酸盐的含量与吸光度值成线性关系。

4 试剂

试验用水应符合 GB/T 6682 的规定；所用试剂为分析纯。

4.1 硝酸。

4.2 盐酸（1+1）。

4.3 17%硫酸溶液：量取硫酸 17 mL 缓慢加入到 80 mL 水中混匀。冷却后用水稀释至 100 mL。

4.4 2.5%钼酸铵溶液：称取 2.5 g 钼酸铵 $[(\text{NH}_4)_6\text{Mo}_7\text{O}_{24}\cdot 4\text{H}_2\text{O}]$ ，用水溶解并定容至 100 mL。

4.5 10%抗坏血酸溶液：称取 10.0 g 抗坏血酸，用水溶解并定容至 100 mL。

4.6 混合显色液：将 17%硫酸溶液（4.3）、2.5%钼酸铵溶液（4.4）、10%抗坏血酸溶液（4.5）和水按 1:1:1:2 体积混合。此溶液需于实验前临时配制。

4.7 磷酸盐标准储备液（2 mg/mL）：称取在 105℃ 下干燥的磷酸二氢钾 0.3836 g，用水溶解后定容至 100 mL 容量瓶。此溶液每毫升相当于 2 mg 磷酸盐（ P_2O_5 ）。

4.8 磷酸盐标准工作液（20 $\mu\text{g}/\text{mL}$ ）：吸取磷酸盐标准储备液 1.0 mL 于 100 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。此溶液每毫升相当于 20 μg 磷酸盐（ P_2O_5 ）。

5 仪器

5.1 50 mL 比色管、100 mL 容量瓶、烧杯、量筒、1 mL 移液器、5 mL 移液器、坩埚。

5.2 分析天平（感量 0.0001 g）、天平（感量 0.01 g）。

5.3 分光光度计、马弗炉。

6 分析步骤

6.1 样品处理

6.1.1 鱼、虾、蟹、贝类等取可食肌肉部分，样品研碎、混匀。

6.1.2 称取 6.1.1 均匀试样 2 g~5 g, 精确到 0.01 g, 置于坩埚内, 在电炉上灼烧炭化至无烟, 再移入马弗炉于 550℃ 下灰化至灰分呈白色为止(必要时, 可加入浓硝酸湿润后再灰化), 冷却后加盐酸(1+1) 10 mL 及硝酸 2 滴, 在水浴上蒸干, 再加盐酸(1+1) 2 mL, 用水溶解残渣后少量多次洗入 100 mL 容量瓶, 并定容, 过滤(如无沉淀则不需过滤)。

6.2 标准曲线绘制

吸取磷酸盐标准工作液(4.9) 0.0 mL、0.5 mL、1.0 mL、2.0 mL、3.0 mL、4.0 mL、5.0 mL 于 50 mL 比色管中, 各管加入 10 mL 混合显色液(4.7), 加水至 25 mL, 混匀。将比色管置沸水浴中反应 15 min, 取出、冷却至室温, 再用水定容至刻度, 混匀。以试剂为空白, 在 1 cm 比色皿中, 用分光光度计于 825 nm 处比色, 测定各标准溶液的吸光度值。以吸光度值为纵坐标, 磷酸盐含量为横坐标, 绘制标准曲线。

6.3 样品测定

取 6.1.2 试液 1.0 mL (根据磷酸盐含量, 可增减取液量) 于 50 mL 比色管中。以下步骤同标准曲线绘制方法。根据测得的吸光度, 从标准曲线上求得相应磷酸盐的含量。

7 结果计算

样品中磷酸盐含量按(1)式计算。

$$X = \frac{m_2 \times V_1}{m_1 \times V_2} \dots\dots\dots (1)$$

式中:

X —— 样品中磷酸盐含量, 单位为毫克每千克 (mg/kg);

m_1 —— 样品质量, 单位为克 (g);

V_1 —— 样品处理液总体积, 单位为毫升 (mL);

m_2 —— 标准曲线中查得磷酸盐 (P_2O_5) 标准量, 单位为微克 (μg);

V_2 —— 测定时所吸取试液体积, 单位为毫升 (mL)。

计算结果保留两位小数。

8 精密度

在相同条件下, 三次平行测定值的相对标准偏差不超过 10%。
