

上海洪纪仪器设备有限公司

磷的测定方法

1. 原理

食物中的有机物经酸氧化分解，使磷在酸性条件下与钼酸铵结合生成磷钼酸铵。此化合物经对苯二酚、亚硫酸钠还原成兰色化合物--钼蓝。用分光光度计在波长 660nm 处测定钼蓝的吸光值，以测定磷的含量。反应式为：



2. 适用范围

依据中华人民共和国国家标准：GB12393-90，此方法适用于所有食品及保健品中磷元素含量的测定。

3. 仪器

722 可见分光光度计

4. 试剂

(1) 硝酸(G.R)，高氯酸(G.R) 硫酸(A.R)

(2) 混合酸消化液：硝酸+高氯酸 按 4+1 混合

(3) 15% (V/V) 硫酸溶液：取 15ml 硫酸缓慢加入到 80ml 水中，并定容至 100ml。

(4) 5% (W/V) 钼酸铵溶液：取 5g 钼酸铵，用 15%硫酸溶液稀释至 100ml。

(5) 对苯二酚溶液：取 0.5g 对苯二酚于 100ml 水中，溶解后加一滴浓硫酸。

(6) 20% (W/V) 亚硫酸钠溶液（注：此溶液需在每次实验前临时配制）：称取一定量的亚硫酸钠，用蒸馏水溶解即可。

(7) 标准质控物：猪肝粉（国家标准物质研究中心提供），质控物需室温干燥保存。

(8) 国家标准物质中心提供：磷标准储备溶液，浓度为 1000 $\mu\text{g}/\text{mL}$

(9) 标准中间液的配制：吸取 1ml 磷标准储备溶液，然后移入 100ml 容量瓶中，用去离子水定容至 100ml，浓度为 10mg/L

5. 操作步骤

5.1 样品消化：实验操作需在无元素污染的环境中进行。准确称取样品干样（0.3-0.7g 左右），湿样（1.0g 左右），饮料等其他液体样品（1.0-2.0g 左右），然后将其放入 50ml 消化管中，加混酸 15ml（油样或含糖量高的食品可多加些酸），过夜。次日，将消化管放入消化炉中，消化开始时可将温度调低（约 130 $^{\circ}\text{C}$ 左右），然后逐步将温度调高（最终调至 240 $^{\circ}\text{C}$ 左右）进行消化，一直消化到样品冒白烟液体变成无色或黄绿色为止。若样品未消化完全可再加几毫升混酸，直到消化完全。消化完后，待凉，再加 5ml 去离子水，继续加热，直到消化管中的液体约剩 2ml 左右，取下，放凉，然后转移至 10ml 试管中，再用去离子水冲洗消化管 2-3 次，并最终定容至 10ml。

样品进行消化时，应同时做样品空白消化。

5.2 磷标准曲线：分别吸取标准储备液 1.0ml、3.0ml、5.0ml 至 20ml 刻度试管中，然后依次加入 2ml 钼酸铵溶液、1ml 亚硫酸钠溶液、1ml 对苯二酚溶液，加蒸馏水定容至 20ml，混匀，静置 30 分钟，在波长 660nm 处测定其吸光度，由此计算出回归系数，利用回归方程计算或绘制成校正曲线。

5.3 测定：取样品及空白液各 2ml 分别至 20ml 试管中，然后依次加入 2ml 钼酸铵溶液、1ml 亚硫酸钠溶液、1ml 对苯二酚溶液，加蒸馏水定容至 20ml，混匀，静置 30 分钟，在波长 660nm

上海洪纪仪器设备有限公司

处测定其吸光度，并根据测出的吸光度在标准曲线上算得未知溶液中的磷含量。

6. 计算

$$X(\text{mg}/100\text{g}) = (C/m) \times (V1/V2) \times 100$$

式中：X----样品中磷含量，mg/100g

C----由标准曲线及回归方程算得样品测定液中磷含量，mg

m---称样量 g

V1---消化液定容总体积，ml

V2-测定用消化液的体积，ml

此元素最低检出限为 2 μg

7. 注意事项

- (1) 亚硫酸钠溶液最好每次实验前临时配制，否则可能会使钼蓝溶液发生浑浊。
- (2) 其次定容完后，静置时间不亦过长，否则溶液颜色将会加深，其结果不准确。