

宣传贯彻国务院“质量、品种、效益年”质量管理资料第三批

## 肉类及其制品质量卫生检验标准

新华经济技术信息社  
中国·成都

# 《肉类及其制品质量卫生检验标准汇编》目录

## 1. 肉类理化指标测定:

GB9695.1-88	肉与肉制品	游离脂肪含量的测定	(1)
GB9695.2-88	肉与肉制品	脂肪酸测定	(3)
GB9695.3-88	肉与肉制品	铁含量测定	(9)
GB9695.4-88	肉与肉制品	总磷含量测定	(12)
GB9695.5-88	肉与肉制品	PH测定	(16)
GB9695.6-88	肉制品	胭脂红着色剂测定	(19)
GB9695.7-88	肉与肉制品	总脂肪含量测定	(22)
GB9695.8-88	肉与肉制品	氯化物含量测定	(24)
GB9695.9-88	肉与肉制品	聚磷酸盐测定	(27)
GB9695.10-88	肉与肉制品	六六六、滴滴涕残留量测定	(30)
GB9695.11-88	肉与肉制品	氮含量的测定	(33)
GB9695.12-88	肉与肉制品	水分活度测定	(35)
GB9695.13-88	肉与肉制品	钙含量测定	(38)
GB9695.14-88	肉制品	淀粉含量的测定	(43)
GB9695.15-88	肉与肉制品	水分含量的测定	(47)
GB9695.16-88	肉与肉制品	四环素族抗生素残留量检验	(49)
GB9695.17-88	肉与肉制品	葡萄糖酸 $\delta$ 内脂含量的测定	(52)
GB9695.18-88	肉与肉制品	灰分测定	(55)
GB9695.19-88	肉与肉制品	取样方法	(57)
GB9695.20-90	肉与肉制品	锌含量的测定	(59)
GB9695.21-90	肉与肉制品	镁含量的测定	(62)
GB9695.22-90	肉与肉制品	铜含量的测定	(65)
GB9695.24-90	肉与肉制品	胆固醇含量测定	(68)

## 2. 动物油脂:

GB9696-88	动物油脂	水分和挥发物含量测定	(71)
-----------	------	------------	------

## 3. 肉类及制品质量标准

GB9959.1-88	带皮鲜、冻片猪肉	(73)
GB9959.2-88	无皮鲜、冻片猪肉	(77)
GB9959.3-88	分部位分割冻猪肉	(81)
GB9959.4-88	分割冻猪瘦肉	(85)
GB9960-88	鲜冻四分体带骨牛肉	(89)
GB9961-88	鲜冻胴体羊肉	(93)
GB2731-88	火腿卫生标准	(97)
GB2732-88	板鸭(咸鸭)卫生标准	(100)
GB10147-88	香肠(腊肠)、香肚卫生标准	(102)
GB10148-88	鲜(冻)鸭、鹅肉卫生标准	(104)

## 肉类进出口标准:

ZBX22001-84	出口冻去骨卷羊肉六六六、滴滴涕残留量检测方法	(106)
ZBX22006-87	出口冻牛肉检验规程	(110)
ZBX22007-87	出口肉与肉制品中维生素B <sub>2</sub> 的测定方法	(113)
ZBX22008-87	出口肉类中镍的测定方法(原子吸收分光光度法)	(115)
ZBX22009-88	出口牛肉中敌百虫残留量的测定方法	(119)

# 肉与肉制品 游离脂肪含量的测定

## Meat and meat products—Method for determination of free fat content

本标准参照采用国际标准ISO 1444—1973《肉和肉制品——游离脂肪含量的测定》。

### 1 主题内容与适用范围

本标准规定了肉和肉制品中游离脂肪含量的测定方法。  
本标准适用于肉和肉制品中游离脂肪含量的测定。

### 2 引用标准

- GB 9695.19 肉与肉制品 取样方法
- GB 9695.15 肉与肉制品 水分含量测定

### 3 原理

试样用无水乙醚、石油醚或正己烷等溶剂抽提后，除去溶剂，干燥并称量抽提物，即为试样中的游离脂肪。

### 4 试剂

所用水均为蒸馏水或同等纯度的水；试剂为分析纯。

- 4.1 无水乙醚 (HG 3—1002)：沸点34.4℃。
- 4.2 石油醚 (HG 3—1003)：沸点30~60℃。
- 4.3 正己烷：沸点68.7℃。
- 4.4 海砂化学纯粒度0.65~0.85mm含SiO<sub>2</sub> 99%。
- 4.5 无水硫酸钠 (HG 3—123)。

### 5 仪器和设备

- 5.1 实验室常规仪器和设备。
- 5.2 绞肉机：孔板孔径不超过4mm。
- 5.3 滤纸筒。
- 5.4 脱脂棉。
- 5.5 索氏提取器，150mL或250mL。

### 6 试样

- 6.1 按GB 9695.19肉与肉制品 取样方法取样。
- 6.2 至少取有代表性的试样200g，用绞肉机绞两次使其均质化并混匀，放入密闭容器中贮存、备用。

### 7 分析步骤

#### 7.1 试样装滤纸筒

精密称取 2 ~ 5 g 试样 (精确至 0.001g) (可取测定水分后的试样) 于小烧杯中, 加入适量海砂 (或无水硫酸钠), 用玻棒混合均匀, 全部移入滤纸筒中。用沾有乙醚的脱脂棉擦净小烧杯和玻棒后放入滤纸筒中。滤纸筒上方用少量脱脂棉塞住。

#### 7.2 干燥

把滤纸筒移入电热式干燥箱中, 于  $103 \pm 2^\circ\text{C}$  干燥 1 h。

#### 7.3 抽提

将滤纸筒放入索氏提取器的抽提筒内, 连接已经干燥至恒重的接受瓶, 加入无水乙醚或石油醚 (或正己烷) 至瓶内容积的 2/3 处, 于水浴上加热, 每 5 ~ 6 min 回流一次, 共抽提 6 ~ 8 h。

#### 7.4 称量

取下接受瓶, 回收溶剂, 待接受瓶中溶剂剩 1 ~ 2 mL 时在水浴上蒸干, 于  $103 \pm 2^\circ\text{C}$  干燥 1 h。置于干燥器内室温冷却 1 h 后称量。重复加热、冷却和称量过程, 直到相继两次称量结果之差不超过 0.1%。

#### 7.5 第二次抽提

用第二个干燥至恒重的接受瓶, 再用新的溶剂抽提 1 h, 以验证抽提是否完全, 增量不超过 0.1%。

### 3 分析结果的计算

$$x (\%) = \frac{m_2 - m_1}{m} \times 100$$

式中:  $x$  —— 试样中游离脂肪的含量, %;

$m_2$  —— 接受瓶和脂肪的质量, g;

$m_1$  —— 接受瓶的质量, g;

$m$  —— 试样的质量 (如果是测定水分后的试样, 按测定水分前的质量计), g。

当分析结果符合允许差的要求时, 则取两次测定的算术平均值做为结果。精确至 0.01g。

### 9 允许差

由同一分析者同时或相继进行的两次测定结果之差不得超过 0.5%。

#### 附加说明:

本标准由中华人民共和国商业部食品局提出。

本标准由中国肉类食品综合研究中心归口。

本标准由中国肉类食品综合研究中心起草。

主要起草人王津生、杨学武。

肉与肉制品 脂肪酸测定

Meat and meat products—Method for  
determination of fatty acids

本标准等同采用国际标准ISO 5508—1978《动植物油脂——脂肪酸甲酯的气相色谱分析》和国际标准ISO 5509—1978《动植物油脂 脂肪酸甲酯的制备》。

1 主题内容与适用范围

本标准规定了对按照GB 9695.1肉与肉制品 游离脂肪含量的测定得到的脂类制备脂肪酸甲酯的方法以及脂肪酸甲酯混合物成分用气相色谱进行定性定量测定的方法。

本标准适用于肉和肉制品中脂肪酸的测定。

本标准不适用于测定聚合的脂肪酸。

2 引用标准

GB 9695.1 肉与肉制品 游离脂肪含量的测定

3 原理

按GB 9695.1从肉和肉制品中提取脂类，并在三氟化硼存在下，进行甘油酯的皂化和游离脂肪酸的酯化，然后进气相色谱仪，用面积归一化法测其组成。

4 试剂

所用水为蒸馏水或相当纯度的水。

4.1 氢氧化钠 (GB 629) 甲醇 (GB 683) 溶液：0.5mol。

将2g氢氧化钠溶于100mL含水不超过0.5% (m/m)的甲醇中。溶液放置一段时间后，可能产生少量碳酸钠白色沉淀而失效。此时重新配制。

4.2 三氟化硼 (进口分装) 甲醇 (GB 683) 溶液：12%~15% (m/m)。

4.3 庚烷 (进口分装)：色谱纯。

4.4 石油醚 (HG 3—1003)：重蒸馏的，沸程40~60℃。溴值小于1，无残渣。或己烷 (进口分装)。

4.5 无水硫酸钠 (HG 3—123)。

4.6 氯化钠 (GB 1266)：饱和溶液。

4.7 氮气：完全干燥，纯度不小于99.99%。

4.8 氢气：纯度不小于99.9%，无有机杂质。

4.9 空气或氧气：无有机杂质。

4.10 参照标准物

与被测定的脂肪酸甲酯相同的脂肪酸甲酯标准物质的混合物。

注：① 各种试剂和溶剂在进行色谱分析时不得产生干扰脂肪酸甲酯峰的信号。在其色谱分析中，特别是三氟化硼甲醇溶液，可能在色谱图的20~22碳脂肪酸区域内产生干扰峰。因此每批新试剂或溶剂都应用制备纯油酸甲酯，并进行色谱分析。若有干扰峰出现，该试剂应弃之。

② 若不存在含有20或更多碳原子的脂肪酸，己烷可代替庚烷。

## 5 装置和仪器

- 5.1 实验室常规仪器。  
5.2 气相色谱仪配备FID检测器。  
5.3 微处理机或积分仪。

## 6 试样

按GB 9695.1的规定,得到的脂肪。

## 7 分析步骤

### 7.1 脂肪酸甲酯的制备

三氟化硼有毒,下列操作请在通风橱里进行,玻璃仪器用后,应立即用水冲洗。

#### 7.1.1 试样称取

称取脂肪约350mg。根据称取脂肪量的多少按下表选择烧瓶及试剂。

脂肪量	烧瓶	氢氧化钠甲醇溶液	三氟化硼甲醇溶液	庚烷
mg	mL			
100~250	50	4	5	1~3
250~500	50	6	7	2~5
500~750	100	8	9	1~8
750~10	100	10	12	7~10

#### 7.1.2 皂化

将样品置于烧瓶中,加入适量氢氧化钠甲醇溶液及助沸剂。然后将冷凝管固定于烧瓶上。

水浴上回流,至没有脂肪滴下,通常需5~10min。用移液管从冷凝管上部加入适量的三氟化硼甲醇溶液于沸腾的溶液里。

注:在含两个以上双键的脂肪酸存在时,排掉甲醇溶液和烧瓶中的空气,可向溶液中导入氮气数分钟,皂化时从冷凝管上部持续通入氮气。

#### 7.1.3 甲酯化

7.1.3.1 接7.1.2继续煮沸2min。

7.1.3.2 经冷凝管上部加入适量的庚烷,继续煮沸1min。

停止加热,冷却至室温后,移去冷凝管。加入少量饱和氯化钠溶液并轻摇烧瓶数次。

继续加入饱和氯化钠溶液至烧瓶颈部。

7.1.3.3 吸取上层庚烷溶液约1mL于试管中,加适量无水硫酸钠脱水。

此溶液含脂肪酸甲酯约100mg/mL,可直接取一定量注入气相色谱仪测定。

#### 7.1.4 脂肪酸甲酯的贮存

7.1.4.1 制备样品应尽快分析。不能尽快分析时,脂肪酸甲酯的庚烷溶液短期可贮存于有惰性气体的冰箱中,不适合较长时间的贮存。

7.1.4.2 不含溶剂的干燥甲酯应立即予以分析。不能分析时,应用惰性气体封存于冰箱内保存24h;

或装在真空密封管里,在冰箱内可保存更长时间。

## 7.2 色谱条件

### 7.2.1 选择色谱分离条件的原则(对硬脂酸甲酯)。(附录A)。

- a. 理论塔板数不少于2000;
- b. 分辨率不小于1.25;
- c. 出峰时间小于15min。

### 7.2.2 色谱柱:柱长1~3m,柱内径2~4mm。

### 7.2.3 填充剂

7.2.3.1 担体:酸洗硅烷化的硅藻土或其他合适的惰性担体,其粒度分布均匀,大约在80~100目间。

7.2.3.2 固定相:聚酯型的极性液体(如二甘醇聚丁二酸酯、丁二醇聚丁二酸酯、乙二醇聚乙二酸酯等)、氨基硅酮或其他在气相色谱中作分离用的固定相。固定相占填充剂的5%~20%。

### 7.2.4 柱温:170℃~220℃。

### 7.2.5 进样口温度:比柱温高20~50℃。

### 7.2.6 检测器温度:比柱温高20~50℃。

### 7.2.7 载气流速:15~60mL/min。

### 7.2.8 进样量:0.4~0.5μL。

## 7.3 定性分析

在与试样相同的操作条件下,分析标准混合物以保留时间来确定脂肪酸的成分。

## 7.4 定量分析

面积归一化法。

## 8 分析结果的计算

### 8.1 一般计算

成分*i*含量由下式计算:

$$C_i(\%) = \frac{A_i}{\sum A_i} \times 100 \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中:  $C_i$ ——成分*i*的质量百分比, %;

$A_i$ ——成分*i*的峰面积;

$\sum A_i$ ——全部峰面积之和。

一般情况下,根据面积百分比计算的结果可以代表质量百分比。对于某些要求定量准确度高的测定,见8.2。

### 8.2 校正因子计算法

脂肪酸定量准确度要求很高时,采用校正因子法,将面积百分比换算为质量百分比。

#### 8.2.1 校正因子

校正因子测定,是在与样品测定相同的操作条件下进行参照标准物的测定,由得到的色谱图计算。

校正因子 $K_i$ 按下式计算:

$$K_i = \frac{m_i \cdot \sum A_i}{A_i \cdot \sum m_i} \quad \dots\dots\dots (2)$$

式中:  $K_i$ ——组分*i*的校正因子;

$m_i$ ——参照标准混合物中成分*i*的质量;

$\sum m_i$ ——参照标准混合物中各种成分的质量总和;

$A_i$ ——参照标准混合物中成分*i*的峰面积;

$\sum A_i$ ——参照标准混合物中各种成分峰面积之和。

#### 8.2.2 相对校正因子

相对校正因子  $K'_i$  由下式给出:

$$K'_i = \frac{K_i}{K_{c16}} \dots\dots\dots (3)$$

式中:  $K'_i$  —— 相对校正因子;  
 $K_{c16}$  —— 软脂酸甲酯的校正因子;  
 $K_i$  —— 组分  $i$  的校正因子。

### 8.2.3 含量计算

样品中成分  $i$  的含量按下式计算:

$$C'_i (\%) = \frac{K'_i \cdot A_i}{\sum (K'_i \cdot A_i)} \times 100 = \frac{A_i}{\sum A_i} \times 100 \dots\dots\dots (4)$$

式中:  $C'_i$  —— 校正后成分  $i$  的质量百分比, %;  
 $A_i$  —— 校正后成分  $i$  的峰面积;  
 $\sum A_i$  —— 校正后样品中各种成分峰面积之和。

8.3 计算结果保留小数点后一位。

## 9 精密度

### 9.1 重复性

同一分析者用同一仪器在同一天对同一样品含量超过 5% 所进行的分析, 相对误差不应超过 3%, 或绝对误差不超过 1%; 对于含量少的成分的测定, 其绝对误差应小于 0.2%。

### 9.2 再现性

同一样品, 待测成分超过 5%, 在不同实验室里测定获得的两个值的相对误差不应超过 10%, 绝对误差不能超过 3%; 对于含量少的成分的测定, 其绝对误差不应超过 0.5%。



附录 A  
柱效能和分辨率的测定  
(补充件)

以分析各占一半的硬脂酸甲酯和油酸甲酯的混合物为例。

合理选取进样量、柱温及载气流速，使硬脂酸甲酯色谱峰的极大值在溶剂峰出现后15 min内就出现且占满刻度的3/4。

理论塔板数的计算：

$$n = 16 \left( \frac{dR_1}{w_1} \right)^2 \dots\dots\dots (A1)$$

分辨率R的计算：

$$R = \frac{2\Delta}{w_1 + w_2} \dots\dots\dots (A2)$$

式中： n——理论塔板数；

R——分辨率；

$dR_1$ ——保留距离，mm，进样开始到硬脂酸甲酯峰极大值间的距离；

$w_1$ ——硬脂酸甲酯的峰宽，mm，为曲线拐点处的切线与基线交点间的距离；

$w_2$ ——油酸甲酯峰宽，mm，为曲线拐点处的切线与基线交点间的距离；

$\Delta$ ——硬脂酸甲酯和油酸甲酯峰极大值之间的距离，mm。详见下图。

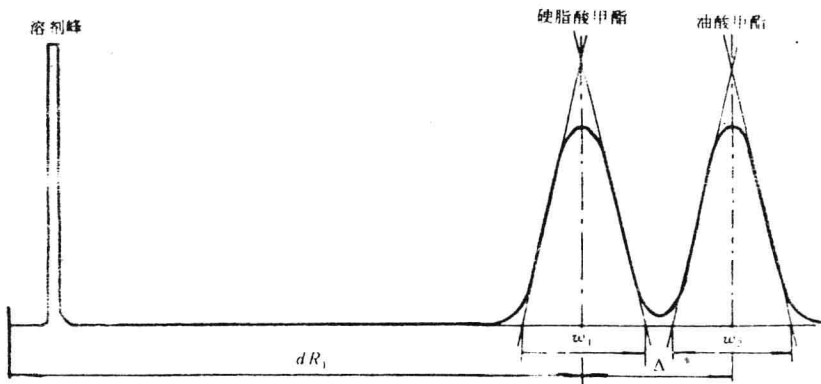


图 A1

附加说明:

本标准由中华人民共和国商业部食品局提出。

本标准由中国肉类食品综合研究中心归口。

本标准由中国肉类食品综合研究中心负责起草。

本标准主要起草人鲁红军、刘晓东。

肉与肉制品 铁含量测定

Meat and meat products—Method for  
determination of iron

1 主题内容与适用范围

本标准规定了肉和肉制品中铁含量的测定方法。  
本标准适用于肉和肉制品中铁含量的测定。

2 引用标准

GB 9695.13 肉与肉制品 钙含量测定  
GB 9695.19 肉与肉制品 取样方法

3 原理

试样经灰化后制成稀盐酸溶液，以盐酸羟胺还原铁(Ⅲ)为铁(Ⅱ)，铁(Ⅱ)与1, 10-菲啉在pH3~9范围内形成稳定的红色络合物。在510nm处测量吸光度，以标准曲线法计算铁含量。

4 试剂

所用试剂均为分析纯，所用水为重蒸馏水或相当纯度的水

4.1 铁标准溶液：

4.1.1 铁标准贮备液：1000 $\mu$ g/mL。准确称取1.000g纯金属铁溶于1:1盐酸50mL中，用水稀释定容至1000mL。

4.1.2 铁标准工作液：10 $\mu$ g/mL。吸取铁标准贮备液10mL，定容至1000ml。

4.2 1, 10-菲啉(GB 1293)：0.25%溶液。

4.3 盐酸羟胺(HG 3—967)：5%溶液，现用现配。

4.4 酒石酸(GB 1294)：5%溶液。

4.5 乙酸钠(GB 694)：25%溶液。

5 仪器和设备

5.1 实验室常规设备。

5.2 绞肉机：不锈钢质，孔径不超过4mm。

5.3 分光光度计。

5.4 石英坩埚。

6 试样

按照GB 9695.13制备。

7 分析步骤

7.1 试样前处理：称取3~5g试样(精确到0.001g)置于石英坩埚中，以下按GB 9695.13的7.1处理。

## 7.2 测定

**7.2.1** 标准工作曲线的绘制：吸取铁标准工作液 0、1、2、3、4、5 mL，分别置于 25 mL 容量瓶中，加 5% 的盐酸羟胺溶液 2.5 mL，摇匀后放置 10 min，加 5% 的酒石酸溶液 2 mL，0.25% 1, 10-菲啉溶液 5 mL，25% 的乙酸钠溶液 5 mL，稀释至刻度，摇匀。待发色完全后，在 510 nm 处测其吸光度，并绘制标准工作曲线。

**7.2.2** 将灰化好的试样溶于 1:1 盐酸 2.5 mL 中，转移到 50 mL 容量瓶中，稀释至刻度，摇匀，此溶液称为试样灰化溶液。吸取试样灰化溶液 10 mL 置于 25 mL 容量瓶中，以下按照标准工作曲线的绘制手续进行。根据吸光度值从标准工作曲线中查得铁的对值。

同一样品进行两次测定，同时做空白试验。

## 8 分析结果的计算

$$x \text{ (mg/kg)} = \frac{c \times 10^{-3}}{m \times \frac{1}{5} \times 10^{-3}}$$

式中：x —— 铁的含量，mg/kg；

m —— 称取试样的质量，g；

c —— 从标准工作曲线上查得的铁的对值，μg。

当符合允许差所规定的要求时，取两次测定结果的算术平均值做为结果。分析结果精确到 0.01 mg/kg。

## 9 允许差

同一分析者同时或相继进行的两次测定结果之差，不得超过平均值的 20%。

附录 A  
原子吸收法  
(补充件)

### A1 原理

试样经灰化后制成稀盐酸溶液，直接喷入火焰进行原子化，在248.3nm处测定，其吸收值与铁浓度成正比，与标准比较测定铁含量。

### A2 试剂

所用水为重蒸馏水。

**A2.1** 铁标准工作液：100 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 。吸取铁标准贮备液10mL放入100mL容量瓶中，稀释至刻度。

### A3 仪器和设备

#### A3.1 原子吸收分光光度计

### A4 分析步骤

**A4.1** 标准系列溶液配制：吸取铁标准工作溶液0、1、2、3、4、5mL分别置于50mL容量瓶中，加1:1盐酸2.5mL，用水稀释至刻度，混匀。此时容量瓶中溶液的铁浓度分别为0、2、4、6、8、10 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 。

**A4.2** 测定：将标准系列溶液、试样灰化溶液和空白溶液分别喷入火焰中，测其吸收值。测定条件：灯电流15.0mA，波长248.3nm，狭缝0.2nm，空气流量9.5L/min，乙炔流量2.3L/min，燃烧器高度7.5mm。(可根据仪器型号调至最佳条件)以铁浓度对应吸收值绘制标准工作曲线。根据试样溶液的吸收值从标准工作曲线上查出溶液中铁的浓度。

同一试样进行两次测定，并做空白试验。

### A5 分析结果的计算

$$x (\text{mg}/\text{kg}) = \frac{50 \times c \times 10^{-3}}{m \times 10^{-3}}$$

式中：x——铁的含量，mg/kg；

m——称取试样的质量，g；

c——从标准工作曲线上查出的试样溶液的铁的浓度， $\mu\text{g}/\text{mL}$ 。

当符合允许差所规定的要求时，取两次测定结果的算术平均值做为结果，精确到0.01mg/kg。

### A6 允许差

同分光光度法。

#### 附加说明：

本标准由中华人民共和国商业部食品局提出。

本标准由中国肉类食品综合研究中心归口。

本标准由中国肉类食品综合研究中心负责起草。

本标准主要起草人李气清、王绪茂、冯晓红。

肉与肉制品 总磷含量测定

Meat and meat products—Method for  
determination of total phosphorus

本标准参照采用国际标准ISO 2294—1974《肉和肉制品——总磷含量的测定》。

1 主题内容与适用范围

本标准规定了肉和肉制品中总磷含量的测定方法。  
本标准适用于肉和肉制品中总磷含量的测定。

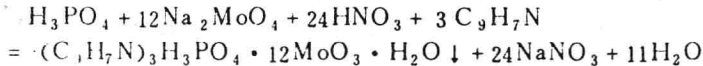
2 引用标准

- GB 601 化学试剂 标准溶液制备方法
- GB 9695.13 肉与肉制品 钙含量测定
- GB 9695.19 肉与肉制品 取样方法

3 原理

试样经灰化制成稀盐酸溶液，在5%~10%的硝酸酸度下，磷酸根与钼酸钠和喹啉反应生成磷钼酸喹啉沉淀。经过滤洗涤后，在 $260 \pm 20^\circ\text{C}$ 下烘干称量，求出五氧化二磷的含量。

反应式为：



4 试剂

所用试剂均为分析纯，水为蒸馏水或相当纯度的水。

4.1 盐酸 (GB 622)：1:1溶液。

4.2 硝酸 (GB 626)：1:1溶液。

4.3 喹钼柠酮沉淀剂：

- a. 将钼酸钠 (HG 3—1087) 70g溶解于150mL水中；
- b. 将柠檬酸 (HG 3—1108) 60g溶解在150mL水中再加硝酸85mL；
- c. 在不断地搅拌下，将a溶液慢慢加到b溶液里；
- d. 在100mL水中慢慢地加入硝酸35mL和喹啉 (化学纯) 5mL；
- e. 在不断地搅拌下，将d溶液慢慢地加到c溶液里，混匀后在室温下放置2h，过滤后加丙酮 (GB 686) 280mL，用水稀至1000mL，混匀，贮于聚乙烯瓶中，备用。

5 仪器和设备

5.1 实验室常用设备。

5.2 绞肉机：孔径不超过4mm。

5.3 坩埚：瓷坩埚，石英坩埚或铂坩埚。

5.4 电烘箱：温度能控制 $260 \pm 20^\circ\text{C}$ 。

5.5 玻璃过滤坩埚：G4。

## 6 试样

按照GB 9695.13制备。

## 7 分析步骤

7.1 试样前处理：称取3g试样（精确到0.001g）放入坩埚中，以下按照GB 9695.13中7.1处理。

7.2 测定：将灰分用1:1的盐酸5mL溶解，转移到250mL烧杯中，加1:1硝酸10mL用水稀释至100mL，盖上表面皿，于电炉上加热至沸，在不断搅拌下，加入喹钼柠酮沉淀剂50mL，继续加热微沸1min，取下烧杯，搅拌片刻以促使沉淀迅速沉降。静置冷却后，用预先干燥至恒重的G4玻璃过滤坩埚抽滤。先将上层清液滤完，然后以倾泻法洗涤沉淀1~2次，将沉淀全部转移至坩埚中，再用水洗涤5~6次。将坩埚底部的水用滤纸吸干后，于 $260 \pm 20^\circ\text{C}$ 下烘干1h置于干燥器中冷却至室温，称量，精确到1mg。

同一试样进行两次平行测定，同时做空白试验。

## 8 分析结果的计算

$$x(\%) = 0.03207 \frac{m_2 - m_1 - m_0}{m} \times 100$$

式中：x——五氧化二磷的含量，%；

m——称取试样的质量，g；

$m_0$ ——空白值，g；

$m_1$ ——玻璃过滤坩埚的质量，g；

$m_2$ ——磷钼酸喹啉沉淀物和玻璃过滤坩埚的质量，g；

0.03207——磷钼酸喹啉对五氧化二磷的换算因子。

当符合允许差的要求时，取两次测定的算术平均值做为结果。结果精确到0.01%。

## 9 允许差

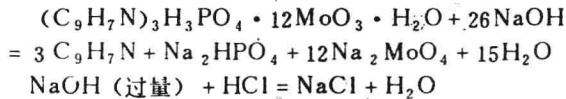
同一分析者同时或相继两次测定结果之差不得超过平均值的10%。

附录 A  
磷钼酸喹啉容量法  
(补充件)

### A1 原理

试样经灰化制成稀盐酸溶液，在酸性溶液中，磷酸根与钼酸钠和喹啉反应生成磷钼酸喹啉沉淀，过滤洗涤后，将沉淀溶解于碱标准液中，然后用酸标准液回滴过量的碱，根据标准液用量求得五氧化二磷的含量。

反应式为：



### A2 试剂

A2.1 酚酞(HG B 3039—59)：1%乙醇溶液。

A2.2 氢氧化钠标准溶液：0.1M。按照GB 601溶液制备方法中二、2配制。

A2.3 0.1M盐酸标准溶液：按照GB 601中二、3配制。

A2.4 其他试剂溶液按照磷钼酸喹啉重量法配制。

### A3 分析步骤

称取3g试样(精确至0.001g)，按照前述磷钼酸喹啉重量法的分析步骤进行至沉淀“静置冷却后”，用中速滤纸过滤，先将上层清液滤完。然后以倾泻法洗涤沉淀3~4次，将沉淀转移至漏斗中，再用水洗涤沉淀至pH大于5(用pH试纸试验)。将沉淀连同滤纸移入原烧杯中，从滴定管中加入氢氧化钠标准溶液，边加边搅拌，使沉淀溶解，并过量5~8mL，加入煮沸数分钟的热水100mL，加酚酞指示剂10滴，以标准盐酸溶液滴定至酚酞红色刚好褪去为终点。

同一试样同时进行两次平行测定，同时做空白试验。

### A4 分析结果的计算

$$x(\%) = \frac{[(N_1V_1 - N_2V_2) - (N_1V_3 - N_2V_4)] \times 0.002730 \times 100}{m}$$

式中：  
 $x$  —— 五氧化二磷的含量，%；  
 $N_1$  —— 氢氧化钠标准溶液的当量浓度；  
 $N_2$  —— 盐酸标准溶液的当量浓度；  
 $V_1$  —— 滴定时氢氧化钠标准溶液的用量，mL；  
 $V_2$  —— 滴定时盐酸标准溶液的用量，mL；  
 $V_3$  —— 空白试验时氢氧化钠标准溶液的用量，mL；  
 $V_4$  —— 空白试验时盐酸标准溶液的用量，mL；  
 $m$  —— 称取试样的质量，g；

0.002730 —— 五氧化二磷的毫克当量。

当符合允许差所规定的要求时，取两次测定结果的算术平均值做为结果。结果精确到0.01%。



A5 允许差

按照磷钼酸喹啉重量法。

---

附加说明:

本标准由中华人民共和国商业部食品局提出。

本标准由中国肉类食品综合研究中心归口。

本标准由中国肉类食品综合研究中心负责起草。

本标准主要起草人李气清、王绪茂、王学平。