

QUY CHUẨN KỸ THUẬT QUỐC GIA

QCVN 3-4:2010/BYT

VỀ CÁC CHẤT ĐƯỢC SỬ DỤNG ĐỂ BỔ SUNG CALCI VÀO THỰC PHẨM

*National technical regulation
on substances may be added for calcium fortification in food*

HÀ NỘI – 2010

Lời nói đầu

QCVN 3-4 :2010/BYT do Ban soạn thảo quy chuẩn kỹ thuật quốc gia về Thực phẩm bổ sung vi chất dinh dưỡng biên soạn, Cục An toàn vệ sinh thực phẩm trình duyệt và được ban hành theo Thông tư số 17/2010/TT-BYT ngày 20 tháng 5 năm 2010 của Bộ trưởng Bộ Y tế.

QUY CHUẨN KỸ THUẬT QUỐC GIA

VỀ CÁC CHẤT ĐƯỢC SỬ DỤNG ĐỂ BỔ SUNG CALCI VÀO THỰC PHẨM

*National technical regulation
on substances may be added for calcium fortification in food*

I. QUY ĐỊNH CHUNG

1. Phạm vi điều chỉnh

Quy chuẩn kỹ thuật quốc gia (sau đây gọi tắt là Quy chuẩn) này quy định các yêu cầu kỹ thuật và quản lý về chất lượng, vệ sinh an toàn đối với các chất được sử dụng với mục đích bổ sung calci vào thực phẩm.

2. Đối tượng áp dụng

Quy chuẩn này áp dụng đối với:

2.1. Tổ chức, cá nhân nhập khẩu, xuất khẩu, sản xuất, buôn bán và sử dụng các chất bổ sung calci vào thực phẩm (sau đây gọi tắt là tổ chức, cá nhân).

2.2. Cơ quan quản lý nhà nước có liên quan.

3. Giải thích từ ngữ và chữ viết tắt:

3.1. *Các chất bổ sung calci vào thực phẩm*: là các chất được chủ động cho vào thực phẩm với mục đích bổ sung calci.

3.2. *JECFA monograph 1 - Vol. 4*: JECFA monographs 1 - Combined compendium - JECFA monograph 1 - Vol. 4 (JECFA monographs 1 - Combined compendium of food additive specifications; Joint FAO/WHO expert committee on food additives; Volume 4 - Analytical methods, test procedures and laboratory solutions used by and referenced in the food additive specifications; FAO, 2006): Các yêu cầu kỹ thuật đối với phụ gia thực phẩm, Tập 4 Các phương pháp phân tích, quy trình thử nghiệm, dung dịch thử nghiệm được sử dụng (hoặc tham chiếu) trong yêu cầu kỹ thuật đối với phụ gia thực phẩm; JECFA biên soạn; FAO ban hành năm 2006.

3.3. *Mã số C.A.S* (Chemical Abstracts Service): Mã số đăng ký hóa chất của Hiệp hội Hóa chất Hoa Kỳ.

3.4. *TS* (test solution): Dung dịch thuốc thử.

3.5. *ADI* (Acceptable daily intake): Lượng ăn vào hàng ngày chấp nhận được.

3.6. *INS* (International numbering system): Hệ thống mã số quốc tế đối với phụ gia thực phẩm.

II. YÊU CẦU KỸ THUẬT, PHƯƠNG PHÁP THỬ VÀ LẤY MẪU

1. Yêu cầu kỹ thuật và phương pháp thử đối với các chất bổ sung calci vào thực phẩm được quy định tại các phụ lục ban hành kèm theo Quy chuẩn này như sau:

1.1. Phụ lục 1: Yêu cầu kỹ thuật và phương pháp thử đối với Calci carbonat.

1.2. Phụ lục 2: Yêu cầu kỹ thuật và phương pháp thử đối với Calci gluconat.

1.3. Phụ lục 3: Yêu cầu kỹ thuật và phương pháp thử đối với Calci dihydro phosphat.

1.4. Phụ lục 4: Yêu cầu kỹ thuật và phương pháp thử đối với Calci dihydro diphosphat.

2. Các yêu cầu kỹ thuật quy định trong quy chuẩn này được thử theo JECFA monograph 1 - Vol. 4, ngoại trừ một số phép thử riêng được mô tả trong các phụ lục; có thể sử dụng các phương pháp thử khác tương đương.

3. Lấy mẫu theo hướng dẫn tại Thông tư 16/2009/TT-BKHCN ngày 02 tháng 6 năm 2009 của Bộ Khoa học và Công nghệ về hướng dẫn kiểm tra nhà nước về chất lượng hàng hóa lưu thông trên thị trường và các quy định khác của pháp luật có liên quan.

III. YÊU CẦU QUẢN LÝ

1. Công bố hợp quy

1.1 Tất cả các chất bổ sung calci vào thực phẩm phải được công bố phù hợp với các quy định tại Quy chuẩn này.

1.2 Phương thức, trình tự, thủ tục công bố hợp quy được thực hiện theo Quy định về chứng nhận hợp chuẩn, chứng nhận hợp quy và công bố hợp chuẩn, công bố hợp quy ban hành kèm theo Quyết định số 24/2007/QĐ-BKHCN ngày 28 tháng 9 năm 2007 của Bộ trưởng Bộ Khoa học và Công nghệ và các quy định của pháp luật.

2. Kiểm tra đối với chất bổ sung calci vào thực phẩm

Việc kiểm tra chất lượng, vệ sinh an toàn đối với các chất bổ sung calci vào thực phẩm phải được thực hiện theo các quy định của pháp luật.

IV. TRÁCH NHIỆM CỦA TỔ CHỨC, CÁ NHÂN

1. Tổ chức, cá nhân phải công bố hợp quy phù hợp với các yêu cầu kỹ thuật tại Quy chuẩn này, đăng ký bản công bố hợp quy tại Cục An toàn vệ sinh thực phẩm và bảo đảm chất lượng, vệ sinh an toàn theo đúng nội dung đã công bố.

2. Tổ chức, cá nhân chỉ được nhập khẩu, xuất khẩu, sản xuất, buôn bán và sử dụng các chất bổ sung calci vào thực phẩm sau khi hoàn tất đăng ký bản công bố hợp quy và bảo đảm chất lượng, vệ sinh an toàn, ghi nhãn phù hợp với các quy định của pháp luật.

V. TỔ CHỨC THỰC HIỆN

1. Giao Cục An toàn vệ sinh thực phẩm chủ trì, phối hợp với các cơ quan chức năng có liên quan hướng dẫn triển khai và tổ chức việc thực hiện Quy chuẩn này.

2. Căn cứ vào yêu cầu quản lý, Cục An toàn vệ sinh thực phẩm có trách nhiệm kiến nghị Bộ Y tế sửa đổi, bổ sung Quy chuẩn này.

3. Trường hợp hướng dẫn của quốc tế về phương pháp thử và các quy định của pháp luật viện dẫn trong Quy chuẩn này được sửa đổi, bổ sung hoặc thay thế thì áp dụng theo văn bản mới.

PHỤ LỤC 1

YÊU CẦU KỸ THUẬT VÀ PHƯƠNG PHÁP THỬ ĐỐI VỚI CALCI CARBONAT

| | |
|----------------------------|---|
| 1. Tên khác, chỉ số | Calcium carbonate, phần INS 170i ADI “Không giới hạn” |
| 2. Định nghĩa | |
| <i>Tên hóa học</i> | Calci carbonat; muối Calci của acid carbonic |
| <i>Mã số C.A.S.</i> | 471-43-1 |
| <i>Công thức hóa học</i> | CaCO ₃ |
| <i>Khối lượng phân tử</i> | 100,09 |
| 3. Cảm quan | Bột tinh thể nhỏ màu trắng, không mùi |
| 4. Chức năng | - Chất dinh dưỡng bổ sung: bổ sung calci |

- Phụ gia thực phẩm: chống đông vón

5. Yêu cầu kỹ thuật

5.1. Định tính

| | |
|-----------------|--|
| <i>Độ tan</i> | Không tan trong nước và ethanol. |
| <i>Calci</i> | Phải có phản ứng đặc trưng của calci. |
| <i>Carbonat</i> | Phải có phản ứng đặc trưng của carbonat. |

5.2. Độ tinh khiết

| | |
|--------------------------------------|---|
| <i>Giảm khối lượng khi sấy</i> | Không được quá 2,0% (sấy ở 200 °C trong 4 giờ). |
| <i>Các chất không tan trong acid</i> | Không quá 0,2%. |
| <i>Bari</i> | Không được quá 0,03%. |
| <i>Florid</i> | Không được quá 50,0 mg/kg. |
| <i>Kiểm tự do</i> | Không được quá 0,05%. |
| <i>Muối magnesi và muối kiềm</i> | Không được quá 1,0%. |
| <i>Arsen</i> | Không được quá 3,0 mg/kg. |
| <i>Chi</i> | Không được quá 3,0 mg/kg. |
| 5.3. Hàm lượng | Không được thấp hơn 98,0% sau khi sấy khô. |

6. Phương pháp thử

6.1. Độ tinh khiết

Các chất không tan trong acid Cân 5 g (chính xác đến mg) mẫu thử, cho phân tán vào 25 ml nước. Thêm cẩn thận 25 ml dung dịch acid hydrocloric (1 trong 2), vừa thêm vừa khuấy, thêm nước và định mức đến 200 ml. Đun sôi hỗn hợp, đậy kín bình đựng, ngâm trong bể cách thủy trong 1 giờ, để nguội và lọc. Rửa kết tủa thu được bằng nước cho đến khi dịch rửa không còn clorid khi thử với dung dịch bạc nitrat (TS). Nung kết tủa, để nguội, cân và tính kết quả (%).

Khối lượng cặn thu được không được quá 10 mg.

Bari Cân 1 g (chính xác đến mg) mẫu thử, trộn lẫn với 10 ml nước. Thêm 15 ml dung dịch acid hydrocloric loãng (TS), pha loãng tiếp đến 30 ml bằng nước và lọc. Lấy 20 ml dịch lọc, thêm 2 g natri acetat, 1 ml dung dịch acid acetic loãng (TS), 0,5 ml dung dịch kali cromat (TS) và để yên trong 15 phút. Dung dịch thu được không được đục hơn dung dịch kiểm chứng có chứa 1 mg bari / ml. Để chuẩn bị dung dịch kiểm chứng, thêm 20 ml nước cất vào 0,3 ml dung dịch chuẩn bari (1,799 g bari clorid / 1 l), sau đó thêm 2 g natri acetat, 1 ml dung dịch acid acetic loãng (TS), 0,5 ml dung dịch kali cromat (TS).

Florid - Mẫu thử: 1 g (chính xác đến mg).

- Thử theo JECFA monograph 1 - Vol. 4 (chuyên luận thử giới hạn florid - phương pháp III).

Kiểm tự do Cân 3 g mẫu thử, cho vào 30 ml nước mới được đun sôi và để nguội, khuấy trong 3 phút và lọc. Thêm 2 giọt dung dịch phenolphtalein (TS) vào 20 ml dịch lọc. Dung dịch chuyển màu đỏ và bị mất màu khi cho thêm 0,2 ml acid hydrocloric 0,1 N.

Muối magnesi và muối kiềm Trộn 1 g mẫu thử với 40 ml nước, thêm cẩn thận 5 ml acid hydrocloric, lắc đều hỗn hợp và đun sôi trong 1 phút. Thêm thật nhanh 40 ml dung dịch acid oxalic (TS), khuấy mạnh cho đến khi tạo thành kết tủa. Thêm ngay 2 giọt dung dịch đơ methyl (TS), sau đó thêm từng giọt dung dịch amoniac (TS), cho đến khi dung dịch bắt đầu có tính kiềm, để nguội dung dịch. Chuyển hỗn hợp vào ống đong 100 ml, pha loãng bằng nước đến 100 ml, để yên trong 4 giờ hoặc qua đêm, sau đó gạn lấy phần dung dịch trong ở phía trên lọc qua giấy lọc khô. Lấy 50 ml dịch lọc vào một đĩa platin, thêm 0,5 ml acid sulfuric, cô cạn hỗn hợp trên bếp cách thủy cho đến khi còn một ít dung dịch. Cẩn thận cô phần dung dịch còn lại trên ngọn lửa đến khô và tiếp tục đun nóng cho đến khi các muối amoni bị phá hủy và bay hơi hoàn toàn. Cuối cùng, nung cặn còn lại đến khối lượng không đổi.

Để nguội, cân và tính kết quả. (Khối lượng cần thu được không được quá 5 mg).

Arsen Thử theo JECFA monograph 1 - Vol. 4 (chuyên luận thử giới hạn arsen - phương pháp II).

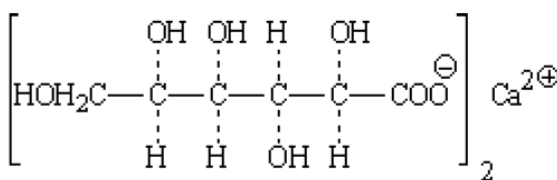
Chi Thử theo JECFA monograph 1 - Vol. 4. Xác định bằng kỹ thuật hấp thụ nguyên tử thích hợp với hàm lượng qui định. Lựa chọn cỡ mẫu thử và phương pháp chuẩn bị mẫu dựa trên nguyên tắc của phương pháp mô tả trong JECFA monograph 1-Vol. 4 phần các phương pháp phân tích công cụ.

6.2. Định lượng Cân 200 mg (chính xác đến 0,1 mg) mẫu thử đã được sấy khô, chuyển vào cốc 400 ml, thêm 10 ml nước và khuấy để tạo thành một hỗn hợp sệt. Đặt cốc bằng một mặt kính đồng hồ và dùng pipet (pipet được đặt giữa mép cốc và gờ của kính đồng hồ) thêm 2 ml dung dịch acid hydrochloric loãng (TS). Lắc cốc để hòa tan mẫu thử. Tráng rửa thành cốc, mặt ngoài của pipet và mặt kính đồng hồ, pha loãng đến 100 ml bằng nước cất. Trong khi khuấy, (tốt nhất là dùng máy khuấy từ) thêm 30 ml dinatri ethylendiamintetraacetat 0,05 M, sau đó thêm 15 ml dung dịch natri hydroxyd (TS) và 300 mg chỉ thị xanh hydroxynaphthol và tiếp tục chuẩn độ đến khi dung dịch có màu xanh da trời.

Mỗi ml dinatri ethylendiamintetraacetat 0,05 M tương đương với 5,004 mg CaCO₃.

PHỤ LỤC 2

YÊU CẦU KỸ THUẬT VÀ PHƯƠNG PHÁP THỬ ĐỐI VỚI CALCI GLUCONAT

| | |
|------------------------------------|--|
| 1. Tên khác, chỉ số | Calcium gluconate INS 578 ADI “Không giới hạn” |
| 2. Định nghĩa | |
| <i>Tên hóa học</i> | Calci di-D-gluconat monohydrat |
| <i>Mã số C.A.S.</i> | 299-28-5 |
| <i>Công thức phân tử</i> | C ₁₂ H ₂₂ CaO ₁₄ .H ₂ O |
| <i>Công thức cấu tạo</i> |  |
| <i>Khối lượng phân tử</i> | 448,39 |
| 3. Cảm quan | Dạng hạt hoặc bột tinh thể màu trắng, không mùi, bền trong không khí. |
| 4. Chức năng | - Chất dinh dưỡng bổ sung: bổ sung calci. - Phụ gia thực phẩm: điều chỉnh độ acid, làm rắn chắc, tạo phức kim loại. |
| 5. Yêu cầu kỹ thuật | |
| 5.1. Định tính | |
| <i>Độ tan</i> | Tan trong nước, không tan trong ethanol. |
| <i>Calci</i> | Phải có phản ứng trưng của calci. |
| <i>Gluconat</i> | Phải có phản ứng trưng của gluconat. |
| 5.2. Độ tinh khiết | |
| <i>Giảm khối lượng khi làm khô</i> | Không được quá 2,0%. (sấy tại 105 °C, trong 16 giờ). |
| <i>Các hợp chất khử</i> | Không được quá 1,0% tính theo D-glucose. |

| | |
|----------------|--|
| <i>Chi</i> | Không được quá 2,0 mg/kg. |
| 5.3. Hàm lượng | Không thấp hơn 98,0% và không được quá 102,0% tính theo chế phẩm đã làm khô. |

6. Phương pháp thử

6.1. Độ tinh khiết

Các hợp chất khử

Thử theo JECFA monograph 1 - Vol. 4 (chuyên luận xác định các hợp chất khử - phương pháp I).

Chi

Thử theo JECFA monograph 1 - Vol. 4. Xác định bằng kỹ thuật hấp thụ nguyên tử thích hợp cho hàm lượng quy định. Lựa chọn cỡ mẫu thử và phương pháp chuẩn bị mẫu dựa trên nguyên tắc của phương pháp mô tả tại JECFA monograph 1 - Vol. 4 phần các phương pháp phân tích công cụ.

6.2. Định lượng

Cân khoảng 0,5 g (chính xác đến mg) mẫu thử, hòa tan trong 5 ml dung dịch acid hydrochloric loãng. Thêm 50 ml nước, 25 ml dung dịch natri hydroxyd (TS) và khoảng 0,1 g acid 2-hydroxy-1-(2'-hydroxy-4'sulfo-1'-naphthylazo)-3-naphthoic. Chuẩn độ ngay với dung dịch EDTA 0,05 M đến khi màu của dung dịch chuyển từ màu đỏ sang màu xanh.

Mỗi ml dung dịch EDTA 0,05 M tương đương với 22,42 mg $C_{12}H_{22}CaO_{14}.H_2O$.

PHỤ LỤC 3

YÊU CẦU KỸ THUẬT VÀ PHƯƠNG PHÁP THỬ ĐỐI VỚI CALCI DIHYDRO PHOSPHAT

1. Tên khác, chỉ số

Calcium dihydrogen phosphate; Monobasic calcium phosphate; Monocalcium orthophosphate, Monocalcium phosphate; Calcium biphosphate; Acid calcium phosphate;

INS 341i

MTDI=70mg/kg thể trọng tính theo Phospho từ các nguồn thực phẩm

2. Định nghĩa

Tên hóa học

Calci dihydrogen phosphat

Mã số C.A.S.

Dạng khan: 7758-23-8

Dạng monohydrat: 10031-30-8

Công thức hóa học

Dạng khan: $Ca(H_2PO_4)_2$

Dạng monohydrat: $Ca(H_2PO_4)_2.H_2O$

Khối lượng phân tử

Dạng khan: 234,05

Dạng monohydrat: 252,07

3. Cảm quan

Dạng tinh thể hoặc hạt màu trắng, dễ hút ẩm hoặc dạng hạt mịn.

4. Chức năng

- Chất dinh dưỡng: Bổ sung calci.

- Phụ gia thực phẩm: Đệm, chất làm rắn chắc, chất tạo phức kim loại, bột nở, chất điều hòa dạng nhão, chất tạo kết cấu, thực phẩm cho men.

5. Yêu cầu kỹ thuật

5.1. Định tính

Độ tan

Ít tan trong nước, không tan trong ethanol.

Calci

Phải có phản ứng đặc trưng của calci.

Phosphat

Phải có phản ứng đặc trưng của phosphat.

5.2. Độ tinh khiết

Giảm khối lượng khi sấy khô

Dạng monohydrat: Không được quá 1,0% (60 °C trong 3 giờ).

Giảm khối lượng khi nung

Dạng khan: giữa 14,0 và 15,5% (800 °C trong 30 phút).

| | |
|----------------|--|
| <i>Florid</i> | Không được quá 50,0 mg/kg. |
| <i>Arsen</i> | Không được quá 3,0 mg/kg. |
| <i>Chi</i> | Không được quá 4,0 mg/kg. |
| 5.3. Hàm lượng | Dạng khan: Không được thấp hơn 16,8% và không được quá 18,3% tính theo Ca. Dạng monohydrat: Không được thấp hơn 15,9% và không được quá 17,7% tính theo Ca. |

6. Phương pháp thử

6.1. Độ tinh khiết

Florid Thử theo JECFA monograph 1 - Vol. 4. Dạng khan: tiến hành xác định theo Phương pháp II; Dạng monohydrat: tiến hành xác định theo phương pháp IV.

Arsen Thử theo JECFA monograph 1 - Vol. 4 , phương pháp II.

Chi Thử theo JECFA monograph 1 - Vol. 4. Xác định bằng kỹ thuật hấp thụ nguyên tử thích hợp cho hàm lượng quy định. Lựa chọn cỡ mẫu thử và phương pháp chuẩn bị mẫu dựa trên nguyên tắc của phương pháp mô tả trong JECFA monograph 1 - Vol. 4 phần các phương pháp phân tích công cụ.

6.2. Định lượng

Cân mẫu thử (chính xác đến mg) khối lượng tương đương với khoảng 475 mg muối khan, hoà tan trong 10 ml dung dịch acid hydrochloric (TS). Thêm vài giọt dung dịch da cam methyl (TS) và đun sôi trong 5 phút, duy trì liên tục thể tích và pH của dung dịch trong quá trình đun sôi bằng cách cho thêm dung dịch acid hydrochloric hoặc nước cất nếu cần thiết. Thêm 2 giọt dung dịch đỏ methyl (TS) và 30 ml dung dịch amoni oxalat (TS), sau đó thêm từng giọt (vừa thêm vừa khuấy) hỗn hợp đồng thể tích dung dịch amoniac 6 N và nước đến khi dung dịch bắt đầu có màu hồng.

Để hỗn hợp trong bể cách thủy nước sôi trong 30 phút, làm nguội tới nhiệt độ phòng và chờ kết tủa lắng xuống, lọc bỏ phần dịch qua phễu lọc thủy tinh xốp, hút chân không nhẹ nếu cần. Rửa tủa trong cốc với khoảng 30 ml dung dịch rửa lạnh (dưới 20 °C), được pha bằng cách lấy 10 ml dung dịch amoni oxalat (TS) pha loãng với nước đến đủ 1000 ml. Để kết tủa lắng xuống, gạn phần dịch phía trên qua phễu lọc, làm như vậy 3 lần. Dùng dịch rửa, chuyển toàn bộ phần kết tủa vào phễu lọc, rửa cốc và thành phễu bằng nước lạnh (dưới 20 °C) 2 lần, mỗi lần với 10 ml. Đặt phễu lọc thủy tinh xốp lên trên cốc, thêm 100 ml nước và 50 ml dung dịch acid sulfuric loãng lạnh (1 trong 6). Dùng buret cho 35 ml kali permanganat 0,1 N vào dung dịch. Khuấy đều đến khi dung dịch mất màu. Đun nóng đến khoảng 70 °C và chuẩn độ tiếp bằng dung dịch kali permanganat 0,1 N.

Mỗi ml dung dịch kali permanganat 0,1 N tương đương với 2,004 mg Ca.

PHỤ LỤC 4

YÊU CẦU KỸ THUẬT VÀ PHƯƠNG PHÁP THỬ ĐỐI VỚI CALCI DIHYDRO DIPHOSPHAT

| | |
|----------------------------|--|
| 1. Tên khác, chỉ số | Monocalcium dihydrogen pyrophosphate INS 450vii MTDI=70mg/kg thể trọng tính cho Phospho từ các nguồn thực phẩm |
| 2. Định nghĩa | |
| <i>Tên hóa học</i> | Monocalci dihydro di-phosphat |
| <i>Mã số C.A.S.</i> | 14866-19-4 |
| <i>Công thức hóa học</i> | CaH ₂ P ₂ O ₇ |
| <i>Khối lượng phân tử</i> | 215,97 |
| 3. Cảm quan | Tinh thể trắng hoặc bột trắng. |
| 4. Chức năng | - Chất dinh dưỡng: Bổ sung calci |

- Phụ gia thực phẩm: chất ổn định, bột nổi, chất nhũ hóa.

5. Yêu cầu kỹ thuật

5.1. Định tính

Calci

Phải có phản ứng đặc trưng của calci.

Phosphat

Phải có phản ứng đặc trưng của phosphat.

5.2. Độ tinh khiết

Giảm khối lượng khi sấy khô

Không được quá 1,0% (105 °C trong 4 giờ).

Các chất không tan trong acid

Không được quá 0,4%.

Florid

Không được quá 30,0 mg/kg.

Arsen

Không được quá 3,0 mg/kg.

Chì

Không được quá 4,0 mg/kg.

5.3. Hàm lượng

Không được quá 64,0% quy ra P₂O₅ tính theo chế phẩm khô.

6. Phương pháp thử

6.1. Độ tinh khiết

Florid

Thử JECFA monograph 1 - Vol.4, phương pháp III; sử dụng cỡ mẫu và thể tích dung dịch chuẩn để xây dựng đường chuẩn phù hợp.

Arsen

Thử theo JECFA monograph 1 - Vol. 4, phương pháp II.

Chì

Thử theo JECFA monograph 1 - Vol. 4. Xác định bằng kỹ thuật hấp thụ nguyên tử thích hợp cho hàm lượng quy định. Lựa chọn cỡ mẫu thử và phương pháp chuẩn bị mẫu dựa trên nguyên tắc của phương pháp mô tả tại JECFA monograph 1 - Vol. 4 phần các phương pháp phân tích công cụ.

6.2. Định lượng

Cân khoảng 200 mg (chính xác đến mg) mẫu thử, hòa tan trong 25 ml nước và 10 ml dung dịch acid nitric loãng (TS), đun sôi trong 30 phút. Lọc nếu cần và rửa kết tủa, sau đó hòa tan tủa bằng cách thêm 1 ml dung dịch acid nitric loãng (TS). Đun nóng đến 50 °C, thêm 75 ml dung dịch amoni molybdat (TS) và giữ ở 50 °C trong 30 phút, thỉnh thoảng khuấy. Để yên 16 giờ hoặc qua đêm ở nhiệt độ phòng. Gạn phần dịch phía trên qua giấy lọc, rửa tủa bằng nước 1 hoặc 2 lần, mỗi lần 30-40 ml, gạn bỏ dịch rửa lên giấy lọc nêu trên, Cho kết tủa vào giấy lọc vừa gạn dịch rửa, rửa toàn bộ bằng dung dịch kali nitrat (1/100) đến khi dịch rửa không còn acid khi thử với quỳ tím. Cho giấy lọc chứa tủa vào bình kết tủa, thêm 50ml dung dịch natri hydroxyd 1N, lắc đến khi tủa tan hoàn toàn, thêm 3 giọt dung dịch phenolphtalein (TS) và chuẩn độ lượng natri hydroxyd dư bằng acid sulfuric 1N.

Mỗi ml dung dịch natri hydroxyd 1N tương đương với 3,088 mg P₂O₅.