



中华人民共和国国家标准

GB/T 13882—2023

代替 GB/T 13882—2010

饲料中碘的测定

Determination of iodine in feeds

2023-08-06 发布

2024-03-01 实施

国家市场监督管理总局
国家标准化管理委员会 发布

前 言

本文件按照 GB/T 1.1—2020《标准化工作导则 第 1 部分：标准化文件的结构和起草规则》的规定起草。

本文件代替 GB/T 13882—2010《饲料中碘的测定 硫氰酸铁-亚硝酸催化动力学法》，与 GB/T 13882—2010 相比，除结构调整和编辑性改动外，主要技术变化如下：

- a) 增加了硫氰酸铁-亚硝酸催化动力学法的定量限(见第 1 章)；
- b) 增加了电感耦合等离子体质谱法(见第 4 章)；
- c) 更改了碘标准工作溶液的配制方法(见 5.2.10,2010 年版的 4.10)；
- d) 更改了干灰化法(见 5.5.1,2010 年版的 7.1.1)；
- e) 删除了湿法(见 2010 年版的 7.1.2)；
- f) 更改了碘标准工作曲线的绘制(见 5.5.2.1,2010 年版的 7.2.1)；
- g) 更改了精密度(见 5.7,2010 年版的第 9 章)。

请注意本文件的某些内容可能涉及专利。本文件的发布机构不承担识别专利的责任。

本文件由全国饲料工业标准化技术委员会(SAC/TC 76)提出并归口。

本文件起草单位：国粮武汉科学研究设计院有限公司、四川威尔检测技术股份有限公司、湖北省兽药监察所、四川省粮食质量监测中心、成都蜀星饲料有限公司。

本文件主要起草人：张凤枰、黄昌郡、刘均、钱昉、李芳、刘小敏、张艳红、李德祥、王峻、杨军、李贵友、王博媛、杜言。

本文件及其所代替文件的历次版本发布情况为：

- 1991 年首次发布为 GB/T 13882—1992,2002 年第一次修订,2010 年第二次修订；
- 本次为第三次修订。

饲料中碘的测定

1 范围

本文件描述了饲料中碘的电感耦合等离子体质谱和硫氰酸铁-亚硝酸催化动力学测定方法。

本文件适用于配合饲料、浓缩饲料、精料补充料、添加剂预混合饲料和饲料原料中碘的测定。

本文件电感耦合等离子体质谱法的检出限为 0.05 mg/kg、定量限为 0.10 mg/kg,硫氰酸铁-亚硝酸催化动力学的检出限为 0.10 mg/kg、定量限为 0.20 mg/kg。

2 规范性引用文件

下列文件中的内容通过文中的规范性引用而构成本文件必不可少的条款。其中,注日期的引用文件,仅该日期对应的版本适用于本文件;不注日期的引用文件,其最新版本(包括所有的修改单)适用于本文件。

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法

GB/T 20195 动物饲料 试样的制备

3 术语和定义

本文件没有需要界定的术语和定义。

4 电感耦合等离子体质谱法(仲裁法)

4.1 原理

试样中的碘用四甲基氢氧化铵(TMAH)溶液提取,电感耦合等离子体质谱仪测定,以碘元素特定质量数 127(质荷比, m/z)定性,以碘元素和内标元素质谱信号的强度比值与碘元素的浓度成正比进行定量,测定试样中碘的含量。

4.2 试剂或材料

除非另有规定,仅使用优级纯试剂。

4.2.1 水:GB/T 6682,一级。

4.2.2 提取溶液:量取 25%TMAH 溶液 200 mL,用水稀释、定容至 500 mL,混匀。

4.2.3 稀释溶液:移取 25%TMAH 溶液 5 mL,用水稀释、定容至 500 mL,混匀。

4.2.4 碘标准储备溶液(1 mg/mL):称取经 180 °C ± 2 °C 干燥至恒重的碘酸钾(KIO₃,CAS 号:7758-05-6,基准试剂)0.168 5 g,或称取经硅胶干燥器干燥 24 h 的碘化钾(KI,CAS 号:7681-11-0,基准试剂)0.130 8 g,用水溶解,移入 100 mL 棕色容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。贮存于棕色瓶中,2 °C ~ 8 °C 保存,有效期 3 个月。或购置有证标准物质。

4.2.5 碘标准中间溶液 I (10 μg/mL):准确移取 1 mL 碘标准储备溶液(4.2.4)于 100 mL 棕色容量瓶中,用稀释溶液(4.2.3)定容,混匀。临用现配。

4.2.6 碘标准中间溶液 II (100 ng/mL):准确移取 1 mL 碘标准中间溶液 I (4.2.5)于 100 mL 棕色容量

瓶中,用稀释溶液(4.2.3)定容,混匀。临用现配。

4.2.7 碲内标元素工作溶液:用水将碲(Te)内标元素标准储备溶液(1 mg/mL,有证标准物质)稀释10倍或100倍,再从中移取适量溶液,用稀释溶液(4.2.3)配制成适当浓度的碲内标元素工作溶液。碲内标元素工作溶液可由仪器在线加入,也可采用手动定量加入碘标准系列溶液及试样溶液中,碲内标元素工作溶液与碘标准系列溶液、试样溶液混合后,碲内标元素的参考浓度为10 ng/mL~100 ng/mL。临用现配。

4.2.8 碘标准系列溶液:分别准确移取适量碘标准中间溶液Ⅱ(4.2.6),用稀释溶液(4.2.3)配制成质量浓度分别为0 ng/mL、1.00 ng/mL、2.00 ng/mL、5.00 ng/mL、10.0 ng/mL、20.0 ng/mL、50.0 ng/mL、100 ng/mL碘标准系列溶液。临用现配。

4.2.9 微孔滤膜:0.45 μm,水系。

4.2.10 高纯氩气:纯度大于99.995%。

4.2.11 高纯氮气:纯度大于99.995%。

4.3 仪器设备

4.3.1 电感耦合等离子体质谱仪(ICP-MS)。

4.3.2 分析天平:精度0.000 1 g。

4.3.3 电热恒温干燥箱或恒温水浴锅:控温精度±2℃。

4.3.4 离心机:转速不低于10 000 r/min。

4.3.5 超声波清洗器。

4.3.6 涡旋混合器。

注:配制试剂、试样溶液制备用的所有玻璃器皿使用前均需用少量0.25%TMAH溶液(4.2.3)小心润洗,再用水反复冲洗干净。

4.4 样品

按照GB/T 20195规定制备试样,至少200 g,粉碎,使其全部过0.25 mm分析筛,混合均匀,装入密闭容器中,避光保存,备用。

4.5 试验步骤

4.5.1 试样溶液制备

平行做两份试验。称取试样0.3 g~0.5 g,精确至0.000 1 g,置于50 mL比色管中,加入4.0 mL水,润湿试样,加入3.0 mL提取溶液(4.2.2),涡旋混合1 min,置于90℃±3℃电热恒温干燥箱或恒温水浴锅中提取3 h,取出,冷却至室温,用稀释溶液(4.2.3)稀释、定容至50 mL,混匀,全部转移至50 mL离心管中,10 000 r/min离心10 min,取上清液,用微孔滤膜(4.2.9)过滤,滤液为试样溶液,24 h内上机测试。同时做空白试验。

4.5.2 仪器参考条件

仪器参考条件如下:

- a) 射频功率:1 550 W;
- b) 等离子气流速:15 L/min;
- c) 载气流速:0.80 L/min~0.90 L/min;
- d) 辅助气流速:0.30 L/min~0.40 L/min;
- e) 分析时泵速:0.10 r/s;
- f) 采样深度:8 mm~10 mm;

g) 氦气流速:4 mL/min~5 mL/min。

注1:若 ICP-MS 仪器由酸性进样体系转变为碱性体系,则建议更换所有进样泵管,用 0.25% TMAH 溶液(4.2.3)清洗进样系统 1 h~2 h,直至¹²⁷I 的信号稳定。

注2:每测一个样品,进样系统冲洗时间大于 60 s。

4.5.3 测定

将仪器调节至最佳工作状态。若 ICP-MS 仪器由酸性进样体系转变为碱性体系,则建议更换所有进样泵管,用 0.25% TMAH 溶液(4.2.3)清洗进样系统 1 h~2 h,直至¹²⁷I 的信号稳定。在调谐仪器达到测定要求后,选择碘元素同位素(¹²⁷I)及内标碲同位素(¹²⁵Te、¹³⁰Te),依次将碘标准系列溶液、空白试验溶液和试样溶液注入电感耦合等离子体质谱仪中,测定碘元素和内标元素的信号响应值。每测一个样品,进样系统冲洗时间大于 60 s。以碘元素的质量浓度为横坐标,碘元素与内标元素响应值之比为纵坐标,绘制标准曲线。标准曲线相关系数 r 不低于 0.99。根据标准曲线得到试样溶液中碘元素的质量浓度。当试样溶液的响应值超出曲线线性范围时,可用稀释溶液(4.2.3)适度稀释后测定,确保试样溶液的响应值在标准曲线线性范围之内。

4.6 试验数据处理

试样中碘的含量以质量分数 w_1 表示,单位为毫克每千克(mg/kg),按式(1)计算:

$$w_1 = \frac{(\rho - \rho_0) \times V \times 1\,000}{m \times 1\,000 \times 1\,000} \times n \quad \dots\dots\dots(1)$$

式中:

ρ ——由标准曲线查得的试样溶液中碘的质量浓度,单位为纳克每毫升(ng/mL);

ρ_0 ——由标准曲线查得的空白试验溶液中碘的质量浓度,单位为纳克每毫升(ng/mL);

V ——试样溶液定容体积,单位为毫升(mL);

n ——稀释倍数;

m ——试样的质量,单位为克(g)。

测定结果用平行测定的算术平均值表示,保留 3 位有效数字。

4.7 精密度

在重复性条件下,当碘含量小于或等于 3.00 mg/kg 时,两次独立测定结果与其算术平均值的绝对差值不超过该算术平均值的 20%;当碘含量大于 3.00 mg/kg 时,两次独立测定结果与其算术平均值的绝对差值不超过该算术平均值的 15%。

5 硫氰酸铁-亚硝酸催化动力学法

5.1 原理

试样中的碘用碳酸钾固定,经干灰化处理释放出的碘离子在适量亚硝酸根存在的稀硝酸溶液中,能催化硫氰酸铁褪色,在一定范围内,硫氰酸铁的褪色速度与碘离子浓度呈线性关系,用分光光度计测定吸光度值,与标准系列溶液比较定量。

5.2 试剂或材料

除非另有规定,仅使用分析纯试剂。

5.2.1 水:GB/T 6682,二级。

5.2.2 碳酸钾溶液(300 g/L):称取 150 g 碳酸钾,溶于 300 mL 水中,用水稀释至 500 mL,混匀。

5.2.3 硫酸锌溶液:称取 5 g 七水硫酸锌,溶于 500 mL 水中,混匀。

5.2.4 硫氰酸钾溶液:称取 0.97 g 硫氰酸钾,用水溶解,转移至 100 mL 容量瓶,用水稀释至刻度,混匀。

5.2.5 硫氰酸钾-亚硝酸钠溶液:称取 0.05 g 亚硝酸钠,溶于水,加入硫氰酸钾溶液(5.2.4)5 mL,转移至 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。临用现配。

5.2.6 硫酸铁铵-硝酸溶液:称取 6 g 十二水硫酸铁铵,加少量水溶解,慢慢加入硝酸 47 mL,转移至 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。临用现配。

5.2.7 颜色固定剂:量取 300 mL 水,缓慢加入 50 mL 硫酸,搅拌均匀,依次加入 25 g 氯化钠、5 g 盐酸羟胺、10 g 氯化亚锡,充分溶解后,用水稀释至 500 mL,混匀,备用。

5.2.8 碘标准储备溶液(1 mg/mL):称取经硅胶干燥器干燥 24 h 的碘化钾(KI,CAS 号:7681-11-0,基准试剂)0.130 8 g,用水溶解,移入 100 mL 棕色容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。贮存于棕色瓶中,2 °C~8 °C 保存,有效期 3 个月。或购买碘(I⁻)有证标准物质。

5.2.9 碘标准中间溶液(100 μg/mL):准确移取 10 mL 碘标准储备溶液(5.2.8)于 100 mL 棕色容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。临用现配。

5.2.10 碘标准工作溶液(1 μg/mL):准确移取 1 mL 碘标准中间溶液(5.2.9)于镍坩锅中,加入 1 mL 碳酸钾溶液(5.2.2)、1 mL 硫酸锌溶液(5.2.3),混匀。将镍坩锅置于 103 °C±2 °C 烘箱中烘干,待完全干燥后,加盖,放入马弗炉中,升温至 580 °C±20 °C,保持 3 h,取出,冷却。加 20 mL 水,移至电炉上加热至微沸,冷却后转移至 100 mL 棕色容量瓶中,用少许 60 °C~80 °C 水冲洗镍坩锅 3 次~5 次,洗液并入 100 mL 棕色容量瓶中;重复加 20 mL 水,移至电炉上加热至微沸,冷却后转移至 100 mL 棕色容量瓶中,用少许 60 °C~80 °C 水冲洗镍坩锅 3 次~5 次,洗液并入 100 mL 棕色容量瓶中,冷却至室温,用水定容,摇匀。临用现配。

5.2.11 中速定性滤纸。

5.3 仪器设备

5.3.1 分光光度计:波长精度±2 nm。

5.3.2 分析天平:精度 0.000 1 g。

5.3.3 马弗炉:控温精度±20 °C。

5.3.4 电热恒温干燥箱:控温精度±2 °C。

5.3.5 镍坩锅:50 mL。

5.3.6 水浴锅:控温精度±2 °C

5.3.7 秒表。

5.3.8 涡旋混合器。

5.4 样品

同 4.4。

5.5 试验步骤

5.5.1 试样溶液制备

平行做两份试验。配合饲料、浓缩饲料、精料补充料和饲料原料称取试样 2 g~4 g,添加剂预混合饲料称取试样 0.5 g~1.0 g,精确至 0.000 1 g,置于镍坩锅中,加入 1 mL 碳酸钾溶液(5.2.2)、1 mL 硫酸锌溶液(5.2.3),用玻璃棒将试样搅成糊状且完全湿润(如湿润不充分,可滴加少量水),用少许水把玻璃棒上的残留物洗入镍坩锅中。将镍坩锅置于 103 °C±2 °C 干燥箱中干燥完全,取出,冷却。在电炉上慢慢炭化,完全炭化后,加盖,转移至马弗炉中,于 580 °C±20 °C 灰化 3 h,取出,冷却。加少量水,将灼烧

残渣研碎,加 20 mL 水,移至电炉上加热至微沸,用滤纸(5.2.11)过滤,用少许 60 °C~80 °C 热水冲洗滤渣 4 次~6 次,收集滤液至 100 mL 棕色容量瓶中,冷却至室温,用水定容至刻度,混匀,作为试样溶液,待测。

5.5.2 测定

5.5.2.1 碘标准工作曲线绘制

准确移取 0 mL、0.2 mL、0.4 mL、0.6 mL、0.8 mL、1.2 mL、1.8 mL 碘标准工作溶液(5.2.10)于 25 mL 比色管中,加水至 10 mL,准确加入 1.2 mL 硫氰酸钾-亚硝酸钠溶液(5.2.5),涡旋混合 10 s,置于 25 °C±2 °C 水浴中,放置 10 min,取出,在每个比色管中准确加入 2.4 mL 硫酸铁铵-硝酸溶液(5.2.6),涡旋混合 10 s,再置于 25 °C±2 °C 水浴中,用秒表计时,反应 20 min,分别准确加入 1 mL 颜色固定剂(5.2.7)(每个比色管中加入硫酸铁铵-硝酸溶液与加入颜色固定剂的时间间隔应严格控制一致),用水定容,混匀,用 1 cm 比色皿,用水调零,在 460 nm 处测定吸光度值,以碘的质量(μg)为横坐标、吸光度值为纵坐标,绘制碘标准工作曲线,相关系数 r 不低于 0.99。

注:环境温度控制在 25 °C±3 °C。

5.5.2.2 试样溶液测定

准确移取 1 mL~10 mL 试样溶液(5.5.1)于 25 mL 比色管中,以下按 5.5.2.1 中“加水至 10 mL”及之后步骤操作,测定试样溶液的吸光度值,在碘标准工作曲线上查得试样溶液中的碘的质量。当试样溶液的吸光度值超出碘标准工作曲线线性范围时,重新分取试样溶液体积,按照 5.5.2.2 重新测定。

5.6 试验数据处理

试样中碘的含量以质量分数 w_2 表示,单位为毫克每千克(mg/kg),按式(2)计算:

$$w_2 = \frac{M \times V \times 1\,000}{V_0 \times m \times 1\,000} \dots\dots\dots (2)$$

式中:

M ——由碘标准工作曲线上查得的试样溶液中的碘的质量,单位为微克(μg);

V ——试样溶液总体积,单位为毫升(mL);

V_0 ——测定时移取试样溶液的体积,单位为毫升(mL);

m ——试样的质量,单位为克(g)。

测定结果用平行测定的算术平均值表示,保留 3 位有效数字。

5.7 精密度

在重复性条件下,当碘含量小于或等于 3.00 mg/kg 时,两次独立测定结果与其算术平均值的绝对差值不超过该算术平均值的 25%;当碘含量大于 3.00 mg/kg 时,两次独立测定结果与其算术平均值的绝对差值不超过该算术平均值的 15%。