



# 中华人民共和国国家标准

GB/T 13882—202×  
代替 GB/T 13882—2010

## 饲料中碘的测定

Determination of iodine in feeds

(征求意见稿)

202×-××-××发布

202×-××-××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) 更改了适用范围（见第1章，2010年版的第1章）；
- b) 增加了定量限（见第1章，2010年版的第1章）；
- c) 增加了电感耦合等离子体质谱法（见第4章）；
- d) 更改了碘标准工作溶液的配制（见5.2.10，2010年版的4.10）；
- e) 更改了干灰化法（见4.5.1，2010年版的7.1）；
- f) 删除了湿法（见2010年版的7.2）；
- g) 更改了碘标准工作曲线绘制（见5.5.2.1，2010年版的7.2.1）。

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/TC76）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[国家饲料质量检验检测中心（武汉）]、四川威尔检测技术股份有限公司、湖北省兽药监察所、四川省粮油中心监测站。

本文件主要起草人：

本文件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测定的电感耦合等离子体质谱法和硫氰酸铁-亚硝酸催化动力学法。

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-亚硝酸催化动力学法的检出限为 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 定义和术语

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 25%四甲基氢氧化铵（TMAH）溶液。
- 4.2.3 提取溶液：量取200 mL 25%TMAH溶液（4.2.2），用水稀释、定容至500 mL，混匀。
- 4.2.4 稀释溶液：量取5 mL 25%TMAH溶液（4.2.2），用水稀释、定容至500 mL，混匀。
- 4.2.5 碘标准储备溶液（1 000 mg/L）：称取0.168 5 g经180 °C±2 °C干燥至恒重的碘酸钾

( $\text{KIO}_3$ , CAS: 7758-05-6, 基准试剂), 或称取0.130 8 g经120 °C干燥2 h、于干燥器中冷却的碘化钾(KI, CAS: 7681-11-0, 基准试剂), 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。或购置碘有证标准物质。

4.2.6 碘标准中间溶液(10 mg/L): 准确移取1 mL碘标准储备溶液(4.2.5), 用稀释溶液(5.2.4)稀释、定容至100 mL, 混匀。临用现配。

4.2.7 碘标准工作溶液(100  $\mu\text{g/L}$ ): 准确移取1 mL碘标准中间溶液(4.2.6), 用稀释溶液(5.2.4)稀释、定容至100 mL, 混匀。临用现配。

4.2.8 内标元素标准储备溶液(1 000 mg/L): 碲(Te)内标标准储备溶液。

4.2.9 内标元素工作溶液: 先用水将内标元素标准储备溶液(4.2.8)稀释10倍或100倍, 再从中取适量溶液用稀释溶液(4.2.4)配制适当浓度的内标元素工作溶液。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工作溶液及试样溶液中, 内标元素工作溶液与碘标准工作溶液、样品溶液混合后, 内标元素的参考浓度约为10  $\mu\text{g/L}$ ~100  $\mu\text{g/L}$ 。临用现配。

4.2.10 碘标准系列溶液: 分别准确移取适量体积碘标准工作溶液(4.2.7), 用稀释溶液(4.2.4)配制浓度分别为0 ng/mL、1.00 ng/mL、2.00 ng/mL、5.00 ng/mL、10.00 ng/mL、20.00 ng/mL、50.00 ng/mL、100.00 ng/mL碘标准系列溶液。临用现配。

4.2.11 滤膜: 0.45  $\mu\text{m}$ , 水系。

### 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: 精度为0.000 1 g。

4.3.3 恒温干燥箱或恒温水浴锅: 控温精度 $\pm 3$  °C。

4.3.4 离心机: 转速不低于3 000 r/min。

4.3.5 超声波清洗器。

### 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0.2~0.5 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(4.2.3), 涡旋混合1 min, 置于90 °C $\pm 3$  °C恒温干燥箱或恒温水浴锅中提取5 h, 取出, 冷却至室温, 用稀释溶液(4.2.4)稀释、定容至50 mL, 混匀, 全部转移至50 mL离心管中, 3 000 r/min离心10 min, 取上清液, 过0.45  $\mu\text{m}$ 滤膜, 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

- 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) He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0.5% TMAH 溶液清洗进样系统1 h~2 h，直至<sup>127</sup>I的信号稳定；  
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，在调谐仪器达到测定要求后，选择碘元素同位素（<sup>127</sup>I）及内标碲同位素（<sup>125</sup>Te、<sup>130</sup>Te），依次将碘标准系列溶液、试剂空白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，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 $r \geq 0.99$ 。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（4.2.4）适度稀释后测定，确保试样测试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：

$$w_1 = \frac{(\rho - \rho_0) \times V_I \times 1000}{m_I \times 1000 \times 1000} \times n \dots\dots\dots (1)$$

式中：

- $\rho$ ——试样溶液中碘的浓度，单位为纳克每毫升（ng/mL）；
- $\rho_0$ ——空白溶液中碘的浓度，单位为纳克每毫升（ng/mL）；
- $V_I$ ——试样溶液的体积，单位为毫升（mL）；
- $m_I$ ——试样的质量，单位为克（g）；
- $n$ ——稀释倍数。

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 15%；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 10%。

### 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 0.130 8 g 经 120 °C 干燥 2 h、于干燥器中冷却的碘化钾(KI)(CAS号: 7681-11-0, 基准试剂),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<sup>-</sup>)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)于镍坩埚中,加入 1 mL 碳酸钾溶液(5.2.2)、1 mL 硫酸锌溶液(5.2.3),混匀。将镍坩埚置于 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 10 mL 水,移至电炉上加热至微沸,冷却后用少许 60 °C~80 °C 热水冲洗镍坩埚 3 次~5 次,洗液入棕色容量瓶中;重复加 10 mL 水后过程 3 次,洗液并入棕色容量瓶中,冷却至室温,定容,摇匀。临用现配。

## 5.3 仪器设备

5.3.1 分光光度计: 波长精度为±2 nm。

5.3.2 分析天平: 精度为 0.000 1 g。

5.3.3 马弗炉: 控温精度±20 °C。

5.3.4 烘箱: 控温精度±2 °C。

5.3.5 镍坩埚: 30 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

按照GB/T 20195规定制备试样，至少200 g，粉碎使其全部过0.425 mm分析筛，混合均匀，装入密闭容器中，避光保存，备用。

## 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 ℃±2 ℃烘箱中干燥完全，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 ℃±20 ℃灰化 3 h，取出，冷却。加 20 mL 水，将灼烧残渣研碎，移至电炉上加热至微沸，中速定性滤纸过滤，用少许 60 ℃~80 ℃热水重复冲洗滤渣，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 0.00 mL、0.20 mL、0.40 mL、0.60 mL、0.80 mL、1.20 mL、1.80 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 ℃±2 ℃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 ℃±2 ℃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  $r \geq 0.99$ 。

#### 5.5.2.2 试样溶液测定

准确移取 1 mL~5 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（1）计算：

$$w_2 = \frac{m_3 \times V_2}{V_0 \times m_2} \dots\dots\dots (1)$$

式中：

$m_3$ ——由碘标准工作曲线上查得的碘的质量，单位为微克（μg）；

$V_2$ ——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 50%；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 25%。

---