



中华人民共和国国家标准

GB/T 13882—2010
代替 GB/T 13882—2002

饲料中碘的测定 硫氰酸铁-亚硝酸催化动力学法

Determination of iodine in feeds—
Ferric thiocyanate-nitric acid catalytic kinetic method

2011-01-14 发布

2011-07-01 实施



中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局 发布
中国国家标准化管理委员会

前 言

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本标准代替 GB/T 13882—2002《饲料中碘的测定 硫氰酸铁-亚硝酸催化动力学法》。

本标准与 GB/T 13882—2002 相比,主要技术变化如下:

——原标准中“7.2.1 碘标准工作曲线的绘制”中“……用蒸馏水补足至 5 mL……”,现修订为“……加蒸馏水约 5 mL……用蒸馏水定容并摇匀”;

——原标准中“7.2.2 试样溶液的测定”中“……用蒸馏水补足至 5 mL……”,现修订为“……加蒸馏水约 5 mL……”。

本标准由全国饲料工业标准化技术委员会(SAC/TC 76)提出并归口。

本标准起草单位:国家饲料质量监督检验中心(武汉)。

本标准主要起草人:钱昉、何凤琴、黄婷、杨林。

本标准所代替标准的历次版本发布情况为:

——GB/T 13882—1992、GB/T 13882—2002。



饲料中碘的测定

硫氰酸铁-亚硝酸催化动力学法

1 范围

本标准规定了饲料中碘的测定方法。

本标准适用于单一饲料、配合饲料、精料补充料、浓缩饲料和添加剂预混合饲料。

本标准最低检出限为 0.1 mg/kg。

2 规范性引用文件

下列文件对于本文件的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件,仅注日期的版本适用于本文件。凡是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 14699.1 饲料 采样

GB/T 20195 动物饲料 试样的制备

3 原理

将试样中有机物破坏,使碘游离出来。碘离子在有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,可用分光光度法测定。

4 试剂和溶液

除非另有规定,在分析中仅使用确认为分析纯的试剂。实验用水应符合 GB/T 6682 中三级水的规格或相当纯度的水。

4.1 硝酸溶液: 1+1。

4.2 碳酸钾溶液:

4.2.1 碳酸钾溶液, 300 g/L: 称取 300 g 碳酸钾溶于 1 000 mL 水中。

4.2.2 碳酸钾溶液, 30 g/L: 称取 30 g 碳酸钾溶于 1 000 mL 水中。

4.3 硫酸锌溶液: 称取 10g 硫酸锌($\text{ZnSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$)溶于 1 000 mL 水中。

4.4 硫氰酸钾溶液, $c(\text{KCNS})=0.1 \text{ mol/L}$: 称取 0.97 g 硫氰酸钾溶于水, 移入 100 mL 容量瓶, 稀释至刻度。

4.5 硫酸铁铵-硝酸溶液, $c[\text{NH}_4\text{Fe}(\text{SO}_4)_2 \cdot 12\text{H}_2\text{O}]=0.1 \text{ mol/L}$: 称取 6.0 g 硫酸铁铵 $[\text{NH}_4\text{Fe}(\text{SO}_4)_2 \cdot 12\text{H}_2\text{O}]$ 溶于水, 慢慢加入硝酸 47 mL, 移入 100 mL 容量瓶中, 用水稀释至刻度。此溶液当天配制。

4.6 硫氰酸钾-亚硝酸钠溶液: 称取 0.048 3 g 亚硝酸钠溶于水, 加入硫氰酸钾溶液(4.4)5 mL, 移入 100 mL 容量瓶中, 用水稀释至刻度。此溶液当天配制。

4.7 颜色固定剂: 在 300 mL 水中, 依次加入硫酸 50 mL、氯化钠 25 g、盐酸羟胺 5 g、氯化亚锡 10 g, 溶解后用水稀释至 500 mL, 备用。

4.8 碘标准贮备溶液,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溶于水,移入 100 mL 容量瓶中,稀释至刻度,贮存于棕色瓶中备用,三个月内有效。

4.9 碘标准中间溶液,10 µg/mL:吸取碘标准贮备溶液(4.8)5 mL,移入 500 mL 棕色容量瓶中,稀释至刻度。

4.10 碘标准工作溶液,1 µg/mL:吸取碘标准中间溶液(4.9)10 mL,移入 100 mL 棕色容量瓶中,稀释至刻度,备用,一周内有效。

5 仪器与设备

5.1 实验室用样品粉碎机或研钵。

5.2 分析筛。

5.3 分析天平:感量 0.000 1 g。

5.4 高温炉。

5.5 烘箱。

5.6 坩埚:镍质,30 mL。

5.7 秒表。

5.8 分光光度计。

6 试样制备

按 GB/T 14699.1 采样,按 GB/T 20195 制备试样。粉碎至全部过 0.42 mm 孔筛(40 目),混匀装于密封容器,备用。

7 测定步骤

7.1 试样溶液的制备

7.1.1 干灰化法

称取试样 0.5 g~2 g(精确至 0.000 1 g)置于镍坩埚中,加碳酸钾溶液(4.2.1)1 mL 和硫酸锌溶液(4.3)1 mL,用小玻璃棒将试样搅成糊状(务必使试样充分湿润,如液体不够,可加少量水),玻璃棒上残留物用蒸馏水洗入坩埚。将坩埚置于 95 °C±5 °C 烘箱中烘干,再在电炉上慢慢炭化,炭化充分完全后,加盖放入高温炉中,升温到 500 °C±20 °C,保持 1.5 h 后,取出坩埚,冷却,加少量水,将灼烧残渣研碎,移至电炉上加热至微沸,用中速定量滤纸过滤,多次用热水洗涤滤渣,将滤液和洗涤液收集到 50 mL 容量瓶中,冷却后用水定容至刻度,摇匀,此为试样溶液,待测。

7.1.2 湿法(用于添加剂预混合饲料)

称取试样 0.1 g~0.5 g(精确至 0.000 1 g)置于镍坩埚中,加硝酸溶液(4.1)2 mL,反应完成后,加水少许,将此溶液过滤转入 100 mL 容量瓶中,用水定容至刻度,摇匀,此为试样溶液,待测。

7.2 测定

7.2.1 碘标准工作曲线的绘制

准确移取碘标准工作溶液(4.10)0.00 mL,0.10 mL,0.20 mL,0.40 mL,0.80 mL,1.20 mL 于 10 mL 容量瓶中,各加碳酸钾溶液(4.2.2)0.8 mL,加蒸馏水约 5 mL,加硫氰酸钾-亚硝酸钠溶液

(4.6)0.5 mL,摇匀,然后在每只容量瓶中加入硫酸铁铵-硝酸溶液(4.5)1.0 mL,用秒表计时,充分摇匀,放置于30℃水浴中恒温20 min后依次取出,然后分别加入颜色固定剂(4.7)0.5 mL(加入颜色固定剂的间隔时间与加入硫酸铁铵-硝酸溶液的间隔时间严格控制一致),用蒸馏水定容并摇匀,用1 cm比色皿,在460 nm处,以蒸馏水为参比测定吸光度值,绘制碘含量与吸光度值的标准工作曲线。

7.2.2 试样溶液的测定

准确移取试样溶液(7.1.1)1.00 mL(含碘少于1.2 μg)于10 mL容量瓶中,加碳酸钾溶液(4.2.2)0.7 mL,或准确移取试样溶液(7.1.2)0.5 mL(含碘少于1.2 μg)于10 mL容量瓶中,加碳酸钾溶液(4.2.2)0.8 mL,加蒸馏水约5 mL,以下按7.2.1中“加硫氰酸钾-亚硝酸钠溶液(4.6)0.5 mL”以后的操作进行,测得试样溶液吸光度值,在标准工作曲线上查得试样溶液中的碘含量。

8 测定结果的计算和表述

8.1 计算

试样中碘的含量 X ,以质量分数表示,单位以毫克每千克(mg/kg)表示,按式(1)计算:

$$X = \frac{V_0 \times m_1}{V \times m} \quad \dots\dots\dots(1)$$

式中:

V_0 ——试样溶液(7.1.1或7.1.2)总体积,单位为毫升(mL);

V ——测定时移取试样溶液的体积(7.2.2),单位为毫升(mL);

m_1 ——由标准工作曲线上查得的碘含量,单位为微克(μg);

m ——试样质量,单位为克(g)。

8.2 结果表示

每个试样取两个平行样进行测定,以其算术平均值为结果,所得结果保留三位有效数字。

9 允许差

试样中碘含量大于3.00 mg/kg,允许相对偏差为30%;碘含量小于或等于3.00 mg/kg,允许相对偏差为50%。