



中华人民共和国食品安全国家标准

GB ××××—××××
代替GB/T 5413.23—1997

婴幼儿食品和乳品中碘的测定

Determination of iodine in foods for infants and young children,

raw milk and dairy products

(征求意见稿)

××××-××-××发布

××××-××-××实施

中华人民共和国卫生部 发布

前 言

本标准代替GB/T 5413.23—1997《婴幼儿配方食品和乳粉 碘的测定》

本标准与GB/T 5413.23—1997相比，主要变化如下：

——填充色谱柱改为石英毛细管柱。

——增加了检出限。

本标准的附录A为资料性附录。

本标准由中华人民共和国卫生部提出并归口。

本标准所代替标准的历次版本发布情况为：

——GB 5413—1985、GB/T 5413.23—1997。

婴幼儿食品和乳品中碘的测定

1 范围

本标准规定了婴幼儿食品和乳品中碘的测定方法。

本标准适用于婴幼儿食品和乳品中碘的测定。

本标准检出限为 20 μ g/kg。

2 规范性引用文件

下列文件中的条款通过本标准的引用而成为本标准的条款。凡是注日期的引用文件，其随后所有的修改单（不包括勘误的内容）或修订版均不适用于本标准；然而，鼓励根据本标准达成协议的各方研究是否使用这些文件的最新版本。凡是不注日期的引用文件，其最新版本适用于本标准。

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法

3 原理

试样中的碘在硫酸条件下与丁酮反应生成丁酮与碘的衍生物，经气相色谱分离，电子捕获检测器检测，外标法定量。

4 试剂和材料

除非另有规定，本方法所用试剂均为分析纯，水为 GB/T 6682 规定的二级水。

4.1 高峰氏（Taka-Diastase）淀粉酶：酶活力 \geq 1.5U/mg。

4.2 碘化钾：优级纯。

4.3 丁酮：色谱纯。

4.4 浓硫酸：优级纯。

4.5 正己烷。

4.6 无水硫酸钠。

4.7 双氧水：体积分数为 3.5%。

4.8 10.9%亚铁氰化钾溶液

称取 109g 亚铁氰化钾，用水定容于 1000mL 容量瓶中。

4.9 21.9%乙酸锌溶液

称取 219g 乙酸锌，用水定容于 1000mL 容量瓶中。

4.10 碘标准溶液

4.10.1 碘标准贮备液：浓度为 1.0mg/mL

准确称取 131mg 碘化钾（精确到 0.1mg），用水溶解并定容至 100mL，冷藏保存。

4.10.2 碘标准工作液：浓度为 1.0 μ g/mL

取 10mL 标准贮备液，用水定容至 100mL 混匀，再吸取 1.0mL，用水定容至 100mL 混匀。

5 仪器和设备

5.1 分析天平：感量 0.1mg。

5.2 气相色谱仪（电子捕获检测器）。

6 分析步骤

6.1 试样处理

6.1.1 不含淀粉的试样

称取混合均匀的固体试样 5g, 液体试样 20g (精确到 0.1mg) 于 150 mL 三角瓶中, 固体试样用 25mL 约 40℃ 的热水溶解。

6.1.2 含淀粉的试样

称取混合均匀的试样 5g, 液体试样 20g (精确到 0.1mg), 于 150 mL 三角瓶中, 加入 0.2g 的淀粉酶 (4.1), 固体试样用 25mL 约 40℃ 的蒸馏水充分溶解后, 置于 50℃~60℃ 恒温箱中酶解 30min, 取出冷却。

6.2 试样测定液的制备

6.2.1 沉淀: 将上述处理过的试样溶液转入 100mL 容量瓶中, 加入 5mL 亚铁氰化钾 (4.8) 和 5mL 乙酸锌 (4.9) 后, 用水定容至刻度, 充分振摇后静止 10min。滤纸过滤后吸取滤液 10mL 于 100mL 分液漏斗中, 加 10mL 水。

6.2.2 衍生与提取: 向分液漏斗中加入 0.7mL 浓硫酸 (4.4), 0.5mL 丁酮 (4.3), 2.0mL 3.5% 的双氧水 (4.7), 充分混匀, 室温下保持 20min 后加入 20mL 正己烷 (4.5) 振荡萃取 2min。静止分层后, 将水相移入另一分液漏斗中, 再进行第二次萃取。合并有机相, 用水洗涤 2~3 次。通过无水硫酸钠过滤脱水后移入 50mL 容量瓶中用正己烷定容, 此为试样测定液。

6.3 碘标准测定液的制备

分别吸取 1.0, 2.0, 4.0, 8.0, 12.0mL 碘标准工作液 (4.10.2), 其他分析步骤同 6.2。

6.4 测定

6.4.1 参考色谱条件

色谱柱: 填料为 5% 氰丙基-甲基聚硅氧烷的毛细管柱, 柱长 30m, 内径 0.25mm, 膜厚 0.25μm; 或具同等性能的色谱柱。

进样口温度: 250℃

ECD 检测器温度: 300℃;

分流比: 1: 1

进样量: 2.0μL

程序升温见表 1:

表 1 程序升温

升温速率 (°C/min)	目标温度 (°C)	持续时间 (min)
初始温度	50	9
30	220	3

6.4.2 标准曲线的制作

将碘标准测定液 (6.3) 分别注入到气相色谱仪中得到标准测定液的峰面积 (或峰高)。以标准测定液的峰面积 (或峰高) 为纵坐标, 以 (6.3) 中所吸取碘标准的质量 (μg) 为横坐标制作标准曲线。

6.4.3 试样溶液的测定

将试样测定液 (6.2.2) 注入到气相色谱仪中得到峰面积 (或峰高), 从标准曲线中查得试样中碘的含量 (μg)。

7 结果计算和表示

试样中碘含量 X , 以质量分数 (μg/100g) 表示, 按式 (1) 计算:

$$X = \frac{C_s}{m_i} \times 100 \dots\dots\dots (1)$$

式中:

C_s ——从标准曲线中查得试样中碘的含量 (μg)。

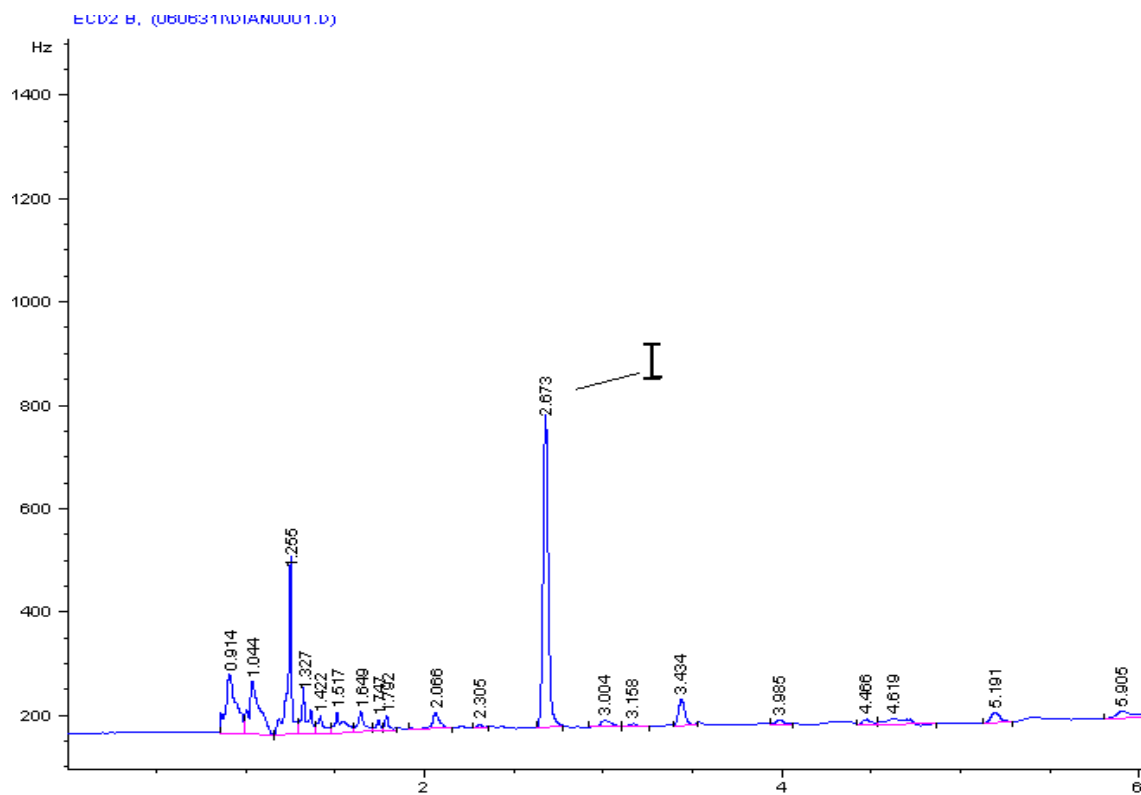
m_i ——试样的质量 (g)。

以两次独立测定结果的算术平均值表示。计算结果要求表示到小数点后一位。

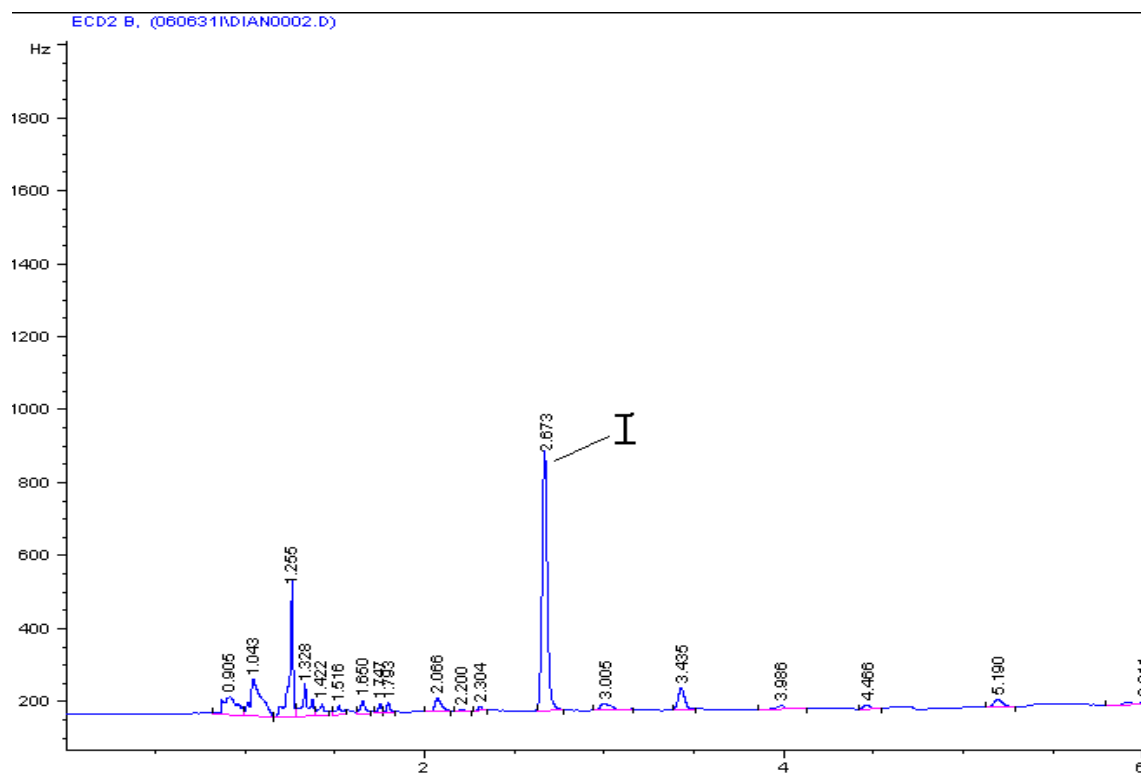
8 精密度

在重复条件下获得的两次独立测定结果的绝对差值不得超过算术平均值的 5%。

附录 A
(资料性附录)
碘标准及试样色谱图



A.1 碘标准色谱图



A.2 碘试样色谱图