

ICS 11.020
C61
24833-2008

WS

中华人民共和国卫生行业标准

WS 302—2008

食物中碘的测定 砷铈催化分光光度法

Method for determination of iodine in foodstuff by
As(III)-Ce⁴⁺ catalytic spectrophotometry

2008-08-06 发布

2009-02-01 实施



中华人民共和国卫生部 发布

前 言

本标准由卫生部地方病标准专业委员会提出。

本标准由中华人民共和国卫生部批准。

本标准起草单位：中国疾病预防控制中心传染病预防控制所、陕西省地方病防治研究所。

本标准主要起草人：刘列钧、李素梅、李秀维、华基礼、李淑华。

食物中碘的测定 砷铈催化分光光度法

1 范围

本标准规定了粮食、蔬菜、水果、豆类及其制品、乳及其制品、肉、鱼、蛋等食品中碘的测定方法。

本标准适用于碘缺乏病防治工作中粮食、蔬菜、水果、豆类及其制品、乳及其制品、肉、鱼、蛋等食品中碘含量的测定。

本方法的检测限为 3ng 碘。

2 规范性引用文件

下列标准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可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 5009.3 食品中水分的测定

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法

3 原理

采用碱灰化处理试样，使用碘催化砷铈反应，反应速度与碘含量成定量关系。



反应体系中， Ce^{4+} 为黄色， Ce^{3+} 为无色，用分光光度计测定剩余 Ce^{4+} 的吸光度值，碘含量与吸光度值的对数成线性关系，计算食品中的碘含量。

4 仪器

4.1 电热高温灰化炉（马弗炉）：可控温至 1 000℃。

4.2 超级恒温水浴箱：30℃±0.2℃。

4.3 数显分光光度计，1cm 比色杯。

4.4 瓷坩埚：30mL。

4.5 秒表。

4.6 电热控温干燥箱：可控温至 200℃。

4.7 试管：15mm×(100mm~150mm)。

4.8 可调电炉：1 000W。

4.9 分析天平（精度 0.0001g）。

5 试剂

试剂纯度除特别指明外均为分析纯，实验用水应符合 GB/T 6682 二级水规格。

5.1 无水碳酸钾（ K_2CO_3 ，M=138.2）。

5.2 硫酸锌（ $\text{ZnSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ ，M=287.6）。

5.3 氯酸钾（ KClO_3 ，M=122.6）。

5.4 浓硫酸（ H_2SO_4 ， $\rho_{20}=1.84\text{g/mL}$ ），优级纯。

5.5 氢氧化钠（ NaOH ，M=40.0）。

5.6 三氧化二砷（ As_2O_3 ，M=197.8）。

5.7 氯化钠(NaCl , $M=58.4$), 优级纯。

5.8 硫酸铈铵 $[\text{Ce}(\text{NH}_4)_4(\text{SO}_4)_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}, M=632.1]$ 或 $[\text{Ce}(\text{NH}_4)_4(\text{SO}_4)_4 \cdot 4\text{H}_2\text{O}, M=668.6]$ 。

5.9 碘化钾(KI , $M=166.0$), 优级纯。

6 溶液配制

6.1 碳酸钾-氯化钠混合溶液: 称取 30g 无水碳酸钾, 5g 氯化钠, 溶于 100mL 水。常温可保存 6 个月。

6.2 硫酸锌-氯酸钾混合溶液: 称取 5g 氯酸钾于烧杯中, 加入 100mL 水, 加热溶解后再加入 10g 硫酸锌, 搅拌溶解。常温可保存 6 个月。

6.3 硫酸溶液($\text{C}_{\text{H}_2\text{SO}_4}=2.5\text{mol/L}$): 量取 140mL 浓硫酸, 缓慢加入到盛有 700mL 水的烧杯中(不能将水加入到浓硫酸中), 烧杯应放置在冷水浴中, 以利散热。冷却后用水稀释至 1L。

6.4 亚砷酸溶液($\text{C}_{\text{H}_3\text{AsO}_3}=0.054\text{mol/L}$): 称取 5.3g 三氧化二砷、12.5g 氯化钠和 2.0g 氢氧化钠置于 1L 烧杯中, 加水约 500mL, 加热至完全溶解后冷却至室温, 再缓慢加入 400mL 2.5mol/L 硫酸溶液(6.3), 冷却至室温后用水稀释至 1L, 贮存于棕色瓶中室温放置, 可保存 6 个月。

6.5 硫酸铈铵溶液($\text{C}_{\text{Ce}^{4+}}=0.015\text{mol/L}$): 称取 9.5g 硫酸铈铵 $[\text{Ce}(\text{NH}_4)_4(\text{SO}_4)_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}]$ 或 10.0g $[\text{Ce}(\text{NH}_4)_4(\text{SO}_4)_4 \cdot 4\text{H}_2\text{O}]$, 溶于 500mL 2.5mol/L 硫酸溶液(6.3)中, 用水稀释至 1L, 贮于棕色瓶中避光室温放置, 可保存 3 个月。

6.6 氢氧化钠溶液($\text{W}_{\text{NaOH}}=0.2\%$): 称取 4.0g 氢氧化钠溶于 2000mL 水中。

6.7 碘标准溶液

6.7.1 贮备液: 准确称取 0.1308g 经硅胶干燥器干燥 24 小时的碘化钾于烧杯中, 用 0.2% 的氢氧化钠溶液(6.6)溶解后全量移入 1000mL 容量瓶中, 用 0.2% 的氢氧化钠溶液(6.6)稀释至刻度。此溶液 1mL 含碘 100 μg 。置冰箱(4 $^{\circ}\text{C}$)内可保存 6 个月。

6.7.2 中间溶液: 移取 10.00mL 贮备液(6.7.1)置于 100mL 容量瓶中, 用 0.2% 的氢氧化钠溶液(6.6)稀释至刻度。此溶液 1mL 含碘 10 μg 。置冰箱(4 $^{\circ}\text{C}$)内可保存 3 个月。

6.7.3 碘标准应用系列溶液: 准确吸取中间溶液(6.7.2) 0mL, 0.5mL, 1.0mL, 2.0mL, 3.0mL, 4.0mL, 5.0mL 分别置于 100mL 容量瓶中, 用 0.2% 的氢氧化钠溶液(6.6)稀释至刻度, 碘含量分别为 0 $\mu\text{g/L}$, 50 $\mu\text{g/L}$, 100 $\mu\text{g/L}$, 200 $\mu\text{g/L}$, 300 $\mu\text{g/L}$, 400 $\mu\text{g/L}$, 500 $\mu\text{g/L}$ 。置冰箱(4 $^{\circ}\text{C}$)内可保存 1 个月。

7 试样制备

7.1 粮食试样: 稻谷去壳, 其他粮食除去可见杂质, 取有代表性试样 20g~50g, 粉碎, 过 40 目筛。

7.2 蔬菜、水果: 取可食部分, 洗净、晾干、切碎、混匀。称取 100g~200g 试样, 制备成匀浆或经 105 $^{\circ}\text{C}$ 干燥 5 小时, 粉碎, 过 40 目筛制备成干样。

7.3 奶粉、牛奶直接称取。

7.4 肉、鱼、禽和蛋类试样制备成匀浆。

7.5 如需将湿样的碘含量换算成干样的碘含量, 应按照 GB/T 5009.3 的规定测定食品中的水分。

8 分析步骤

8.1 移取 0.5mL 碘标准应用系列溶液(6.7.3)(含碘质量分别为 0ng, 25ng, 50ng, 100ng, 150ng, 200ng 和 250ng)和称取 0.3g~1.0g(精确至 0.001g)试样分别于瓷坩埚中, 固体试样加 1mL~2mL 水(液体样、匀浆样和标准溶液不需加水)。各加入 1mL 碳酸钾-氯化钠混合溶液(6.1), 1mL 硫酸锌-氯酸钾混合溶液(6.2)。充分搅拌试样使之均匀。碘标准系列和试样置电热干燥箱中于 105 $^{\circ}\text{C}$ 下干燥 3 小时。将干燥后的试样在可调电炉上(置 800W 左右, 电热丝发红)炭化(在通风橱中进行)。碘标准系列不需炭化。炭化时瓷坩埚加盖留缝, 直到试样不再冒烟为止, 大约需时 30 分钟。将炭化后的试样加盖置入电热高温灰化炉(马弗炉)内, 关闭炉门调节温度至 600 $^{\circ}\text{C}$, 温度升至 600 $^{\circ}\text{C}$ 后继续灰化 4 小时, 待炉温降

至室温后取出试样备测。灰化好的试样应呈现均匀的白色或浅灰白色。

8.2 碘标准系列和试样各加入 8mL 水,静置 1 小时,使烧结在坩埚上的灰分充分浸润,然后充分搅拌使盐类物质溶解,再静置至少 1 小时使灰分沉淀完全,但静置时间不得超过 4 小时。小心吸取上清液 2.0mL 于试管中,注意不要吸入沉淀物。碘标准系列溶液按高浓度到低浓度的顺序排列。向各管加入 1.5mL 亚砷酸溶液(6.4),充分混匀(使用混旋器),使气体放出。然后置 $30^{\circ}\text{C} \pm 0.2^{\circ}\text{C}$ 恒温水浴箱中温浴 15 分钟。

8.3 使用秒表计时,每管间隔相同时间(30 秒或 20 秒)依顺序向各管准确加入 0.5mL 硫酸铈铵溶液(6.5),立即混匀(使用混旋器)后放回水浴中。

8.4 待第一管加入硫酸铈铵溶液后准确反应 30 分钟时,依顺序每管间隔相同时间(与“8.3”的间隔时间一致)于 405nm 波长处,用 1cm 比色杯,以水作参比,测定各管的吸光度值。

9 结果计算

碘质量 $M(\text{ng})$ 与吸光度值 A 的对数值成线性关系: $M = a + b \ln A$ (或 $\lg A$)。求出标准曲线的回归方程,将试样的吸光度值代入标准曲线回归方程,求出试样的碘质量。

将试样的碘质量代入公式(1),计算试样的碘含量 X 。

$$X = \frac{M}{m} \quad (1)$$

式中:

X ——试样中碘的含量,单位为微克每千克($\mu\text{g}/\text{kg}$);

M ——试样中的碘质量,单位为纳克(ng);

m ——称取的试样质量,单位为克(g)。

10 说明

10.1 当室温稳定并大于 20°C ,且测试的样品少于 60 份时,为了操作方便,分析步骤 8.2~8.4 可在室温下进行(不使用超级恒温水浴箱控温)。不同的室温条件下催化反应速度不同,使用一个 250ng 的碘标准管作为“监控管”,监控加入硫酸铈铵溶液(8.4)后的反应时间,当反应进行到该监控管的吸光度值约为 0.3 时,开始依顺序测定各管吸光度值。监控管的吸光度值不能用于标准曲线计算。

10.2 本方法的检测范围是 3ng~250ng 碘;批间相对标准差小于 7%;回收率为 96.8%~101.1%。

10.3 以下离子以所列含量存在试样中时对碘的测定无干扰。

20mg/g Na^+ , 24.5mg/g HPO_4^{2-} , 20mg/g K^+ , 5.3mg/g Ca^{2+} , 30mg/g Cl^- , 7.5mg/g S^{2-} ,

10mg/kg F^- , 0.4mg/g Fe^{3+} , 30mg/kg Mn^{2+} , 30mg/kg Cu^{2+} , 1.0mg/kg Cr^{6+} , 1.0mg/kg Hg^{2+} 。

10.4 本方法中试剂三氧化二砷以及由此配置的亚砷酸溶液均为剧毒品,需遵守有关剧毒品操作规程。

10.5 实验室应避免高碘污染。

中 华 人 民 共 和 国
卫 生 行 业 标 准
食 物 中 碘 的 测 定 砷 铈 催 化 分 光 光 度 法
WS302—2008

*

出版发行：人民卫生出版社（中继线 010-67616688）

地 址：北京市丰台区方庄芳群园 3 区 3 号楼

邮 编：100078

网 址：<http://www.pmph.com>

E - mail：pmph@pmph.com

购书热线：010-67605754 010-65264830

印 刷：北京新丰印刷厂

经 销：新华书店

开 本：880×1230 1/16 印张：0.5

字 数：14 千字

版 次：2009 年 1 月第 1 版 2009 年 1 月第 1 版第 1 次印刷

书 号：14117·231

定 价：8.00 元

版权所有，侵权必究，打击盗版举报电话：010-87613394

（凡属印装质量问题请与本社销售部联系退换）



WS 302—2008