

ICS 65.120
B 20



中华人民共和国国家标准

GB/T 13882—2002
代替 GB/T 13882—1992

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)

2002-07-02 发布

2003-01-01 实施

中华人 民共 和 国
国家质量监督检验检疫总局 发布

前　　言

本标准是 GB/T 13882—1992《饲料中碘的测定方法 硫氰酸铁-亚硝酸催化动力学法》的修订版。

本标准对 GB/T 13882—1992《饲料中碘的测定方法 硫氰酸铁-亚硝酸催化动力学法》修订的技术内容如下：

- 原适用范围中“试样测定液的浓度范围……”改为“本标准最低检出限……”；
- 碘标准工作溶液的浓度由 $2 \mu\text{g}/\text{mL}$ 和 $0.2 \mu\text{g}/\text{mL}$ 统一改为“ $1 \mu\text{g}/\text{mL}$ ”；
- 试样溶液的制备：增加了湿法分解法，适用于添加剂预混合饲料；
- 试样的测定：在硫氰酸铁与碘发生催化反应时，由原来的室温改为水浴 30°C 恒温，反应时间一致为 20 min，然后加入颜色固定剂 0.5 mL，以使其吸光度在数小时内保持不变；
- 碘含量的测定不再分为碘含量大于或小于 3 mg/kg ，直接规定为：当试样中碘含量小于 3 mg/kg 时，称样量为 2 g。

本标准由全国饲料工业标准化技术委员会提出并归口。

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、屈利文。

本标准所代替标准的历次版本发布情况为：GB/T 13882—1992。

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。

本标准适用于饲料原料、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 6682 分析实验室用水规格和试验方法

GB/T 14699.1 饲料采样方法

3 方法原理

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

除非另有说明，本标准仅使用确认为分析纯的试剂和蒸馏水，蒸馏水符合 GB/T 6682 三级用水或相当纯度的水。

4.1 硝酸溶液:1+1($V_1 + V_2$)。

4.2 碳酸钾溶液：

a) 碳酸钾溶液，300 g/L。

b) 碳酸钾溶液，30 g/L。

4.3 硫酸锌溶液：称取 10 g 硫酸锌($ZnSO_4 \cdot 7H_2O$)溶于 1 000 mL 水中。

4.4 硫氰酸钾溶液 [$c(KCNS) = 0.1 \text{ mol/L}$]：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 $\{c[NH_4Fe(SO_4)_2 \cdot 12H_2O] = 0.124 \text{ mol/L}\}$ ：称取 6.0 g 硫酸铁铵 [$NH_4Fe(SO_4)_2 \cdot 12H_2O$]溶于水，慢慢加入硝酸 47 mL，移入 100 mL 容量瓶中，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，稀至 100 mL，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。此溶液可在冰箱中(4℃)存放 3 年有效。

4.8 碘标准贮备溶液(1 mg/mL)：称取 0.130 8 g 经 120℃ 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。