婴幼儿食品和乳品中碘的GC测定

GC-027

摘要：本方法依据食品安全国家标准《GB 5413.23-2010婴幼儿食品和乳品中碘的测定方法》，使用气相色谱仪测定乳制品中碘的含量，检测灵敏度高，碘的最低检出限在4.62 μg/kg；方法重现性好，6次连续测定碘标准溶液，峰面积的RSD为0.594%；标准曲线线性良好，相关系数均大于0.999。

关键词：婴幼儿 乳品 碘 气相色谱

碘是人体(包括所有的动物)的必需微量元素，为卤族元素之一，健康成人体内的碘的总量为30 mg (20 mg-50 mg)，其中70%-80%存在于甲状腺。碘的作用很多，涉及如调节蛋白质合成和分解、促进糖和脂肪代谢、增强酶活力、促进生长发育等诸多方面。婴幼儿对碘的含量十分敏感，缺碘会造成轻度智力低下，为对周围的人和事物反应及自身运动能力、智能和生长发育落后。

依据食品安全国家标准GB 5413.23-2010婴幼儿食品和乳品中碘的测定方法，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，应用电子捕获检测器检测，并使用外标法定量分析。方法检测灵敏度高，可以满足乳制品中碘的含量的测定要求。

实验部分

1.1 仪器

岛津GC-2010气相色谱仪

1.2 分析条件

进样口：260℃

载气：N_2

色谱柱：Rtx-5，30 m×0.25 mm×0.25 μm

柱温：50℃(9 min) 30℃/min 220℃(3 min)

柱流量：1.07 mL/min

进样方式：不分流进样

检测器：ECD

检测器温度：300℃

检测器电流：1.00 nA

尾吹气流量：30 mL/min

1.3 标准样品前处理过程

1.3.1 沉淀

分别吸取碘标准工作液(1.0 μg/mL)1.0 mL，2.0 mL，4.0 mL，8.0 mL，12.0 mL(相当于1.0 μg，2.0 μg，4.0 μg，8.0 μg，12.0 μg碘)于100 mL容量瓶中，加入5 mL亚铁氰化钾溶液和5 mL乙酸锌溶液，用水定容至刻度，得到标准系列的浓度为1.0 μg/100 mL，2.0 μg/100 mL，4.0 μg/100 mL，8.0 μg/100 mL，12.0 μg/100 mL。充分振摇后静止10 min。滤纸过滤后吸取滤液10 mL于100 mL分液漏斗中，加10 mL水。

1.3.2 衍生与提取

向分液漏斗中加入0.7 mL硫酸，0.5 mL丁酮，2.0 mL双氧水，充分混匀，室温下保持20 min后加入20 mL正己烷振荡萃取2 min。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，用水洗涤两到三次。通过无水硫酸钠过滤脱水后移入50 mL容量瓶中用正己烷定容，此为试样测定液。

结果与讨论

2.1 标准样品色谱图

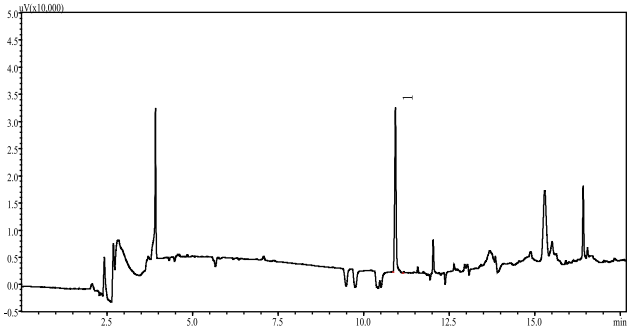

图1 标准溶液(碘含量12 μg/100mL)的色谱图(1=碘衍生物)

2.2 标准曲线

分别将浓度为1.0 μg/100 mL，2.0 μg/100 mL，4.0 μg/100 mL，8.0 μg/100 mL，12.0 μg/100 mL的碘溶液按照国标进行前处理，以浓度和峰面积为横纵坐标绘制校准曲线。得到标准曲线如图2所示，相关系数为0.9999。线性方程为：Y=6786.866X+8872.196。结果表明，在1 ~ 12 μg/100 mL范围内，浓度与峰面积有良好的线性关系。

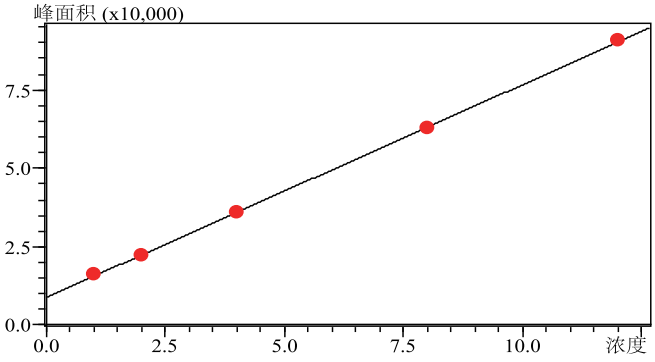

图2 标准溶液的校准曲线

2.3 重现性及检出限

2.3.1 重现性

8 μg/100 mL碘标准溶液连续测定6次，考察仪器精密度。峰面积的RSD为0.594%，保留时间的RSD为0.259%，结果见表1。

No.	峰面积	保留时间
1	59853	10.926
2	59637	10.986
3	59032	10.915
4	59113	10.916
5	50562	10.917
6	59053	10.952
平均值	59375	10.935
RSD(%)	0.594	0.259

2.3.2 检出限

以12 μg/100 mL碘标样数据为基础，以S/N=3计算碘的最低检出限(LOD)，以信噪比S/N=10计算碘的定量限(LOQ)列于表2中。

组分	LOD (μg/kg)	LOQ (μg/kg)
碘	4.62	15.39

结论

本文应用气相色谱仪，应对食品安全国家标准《GB 5413.23-2010婴幼儿食品和乳品中碘的测定方法》，本方法灵敏度高，重现性好，8 μg/100 mL碘标准溶液连续6次进样面积RSD为0.594%；在1~12 μg/100 mL碘含量范围内，碘标准曲线相关系数为0.9999，线性良好。