

气相色谱法测定鸡蛋中碘的含量

GC-032

摘要：本文参照食品安全国家标准 GB 5413.23-2010《婴幼儿食品和乳品中碘的测定》，对鸡蛋中碘的含量进行了测定分析。该方法线性良好，回收率结果令人满意，能满足分析的需求。

关键词：气相色谱法 鸡蛋 碘

碘是人体所必需的微量元素之一，是甲状腺素的重要组成部分，甲状腺素不仅能调节机体内的许多物质代谢，还对机体的生长发育产生重要影响，碘摄入量过低或过高都会导致甲状腺疾病。成人体内的含碘量约为 20 ~ 50 毫克，其 50% 分布在肌肉，20% 左右在甲状腺中。碘的功能是参与甲状腺素的合成，并调节机体代谢，促进生长发育。机体缺碘可引起甲状腺的肿大，幼儿缺碘还可引起先天性心理和生理变化，导致呆小症。人体所需的碘主要来源于食品，食品中碘主要以无机碘（碘酸盐、碘化物）、有机碘（如碘代氨基酸）等形态存在，测定食品中碘含量具有重要意义。鸡蛋中含有丰富微量元素锌、硒、铁、碘等微量元素，对人的生命活动有重要意义。其中蛋中的碘是以卵磷脂碘、碘化氨基酸存在于卵黄中，比无机碘的吸收率高，具有提高人体内脂蛋白酶活性，降低糖元消耗利用，改善血液中高密度脂蛋白组成的显著功效，是孕妇和儿童所需的营养物质。

本文参照食品安全国家标准 GB 5413.23-2010《婴幼儿食品和乳品中碘的测定》，试样中的碘在硫酸条件下与丁酮反应生成亲电性较强的碘代丁酮，用有机溶剂萃取，采用 GC-ECD 进行分析测定。

实验部分

1.1 仪器

GC-ECD

1.2 分析条件

进样口：150℃

载气：氮气

色谱柱：HP-1 (25 m × 0.2 mm × 0.25 μm)

柱温：100℃ (5 min) 10℃ / min 150℃

进样方式：分流进样 (分流比 20:1)

检测器：ECD

检测器温度：200℃

检测器电流：1.00 nA

尾吹气流量：30 ml/min

1.3 样品前处理

称取混合均匀的固体试样 5 g 于 150 mL 三角瓶中，固体试样用 25 mL 约 40℃ 的热水溶解。将上述处理过的试样溶液转入 100 mL 容量瓶中，加入 5 mL 亚铁氰化钾溶液和 5 mL 乙酸锌溶液后，用水定容至刻度，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。然后向分液漏斗中加入 0.7 mL 硫酸，0.5 mL 丁酮，2.0 mL 双氧水 (3.5%)，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，用水洗涤二到三次。用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。

■ 结果讨论

2.1 碘标准样品衍生物谱图

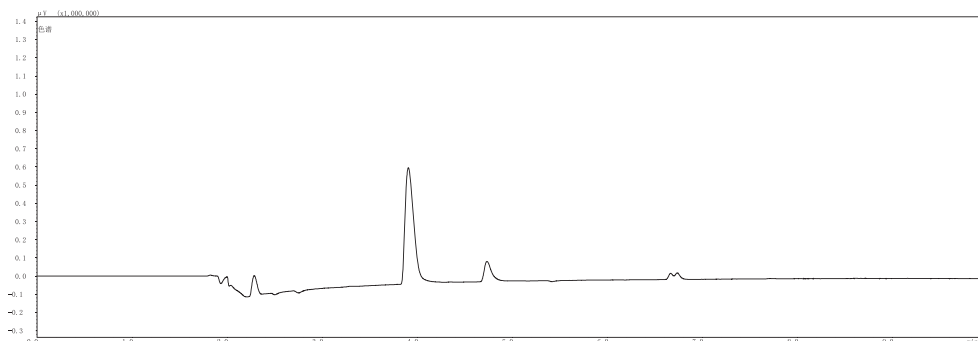


图 1 碘标准样品衍生物 GC-ECD 谱图 (目标物 RT=3.897 min)

2.2 标准曲线

在鸡蛋样品中添加碘标准溶液并按照国标进行前处理，以浓度 (50、100、200、400、1200 $\mu\text{g}/100\text{ g}$) 和峰面积为横纵坐标制作校准曲线，得到标准曲线线性方程为： $Y=524.56X-16286$ ，相关系数为 0.9989，线性良好。

2.3 检出限及回收率

检出限定义为信噪比为 3 时所能检测到的浓度，本实验碘的检出限为 0.5 $\mu\text{g}/100\text{ g}$ 。在鸡蛋中添加标样进行回收率实验，回收率介于 75.6%–100.5% 之间。

2.4 实际样品检测

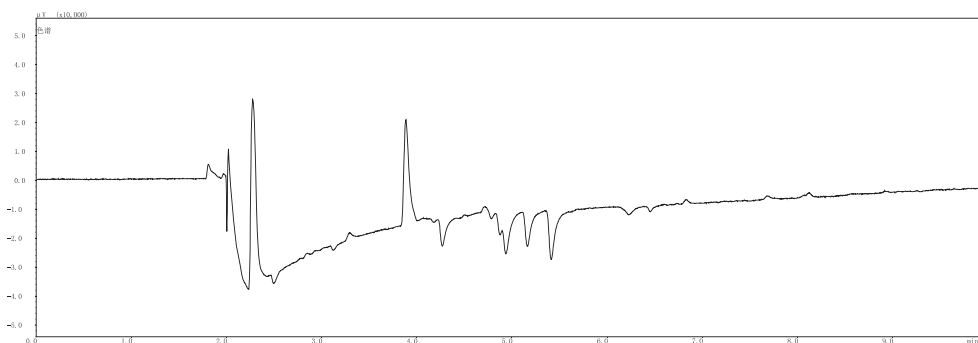


图 2 鸡蛋样品中碘衍生物 GC-ECD 谱图 (目标物 RT=3.897 min)

对某些鸡蛋样品进行了测定，结果如下：

鸡蛋样品	碘的含量 ($\mu\text{g}/100\text{g}$)
NO 1	83.5
NO 2	86.8
NO 3	89.0
NO 4	63.3

■ 结论

本文参照国家标准 GB 5413.23-2010《婴幼儿食品和乳品中碘的测定》，对鸡蛋中碘的含量进行了测定分析。该方法线性良好，回收率结果令人满意，能满足分析的需求。