

# 飼料及飼料添加物中碘之分析<sup>(1)</sup>

李免蓮<sup>(2)(3)</sup> 馬錦端<sup>(2)</sup> 徐阿里<sup>(2)</sup>

收件日期：91 年 12 月 31 日；接受日期：92 年 8 月 29 日

## 摘 要

本試驗旨在探討飼料樣品經氧彈燃燒及離子層析儀 (Ion chromatography, IC) 分析碘離子。燃燒時使用乙二醇為助燃劑，2%水合聯氨 (Hydrazine hydrate) 液為還原吸收劑，經由熱量計燃燒之，餘液定量過濾後經離子層析儀分析碘成分。層析使用 Ionpac As 16 分析管柱，35 mM 氫氧化鈉為流洗液，流速 1.0 ml/min 之分析條件，8.6 分鐘即可檢出碘離子，回收率達 90-100%，偵測極限為 0.43 ppm。

關鍵詞：碘分析、離子層析法、飼料及飼料添加物。

## 緒 言

飼料中添加微量的礦物質，不僅可提高飼料利用效率，亦可改善家畜禽之生長及生產性能。碘為多種微量礦物質之一種，缺碘會引起甲狀腺腫及甲狀腺素不足所造成之體內機能異常 (洪，1986)，碘之分析為研究之必要工具。

一般元素之化學分析常用滴定法、比色法、電量分析法、電位差法、紅外線檢測法、X-線螢光法及原子吸光法等 (Ma and Wang, 1986)，分析飼料或礦物質補助飼料中之碘，則採灰化後，使用氧化劑將碘鹽氧化，使成游離碘，再以硫代硫酸鈉滴定，並計算出碘的含量 (AOAC, 1995)，此法須使用各種試藥，且實驗步驟繁瑣、費時，當碘無法迅速釋出時，由滴定量反推其碘量，易造成試驗誤差。1970 年起，採用燃燒法，將樣品分解後釋放出之鹵元素，以水或其他酸液吸附，再以離子層析儀 (Ion chromatography, IC) 分析之，可同時檢測多樣元素，其分析干擾遠低於傳統方法 (Rubin, 1987)。Colaruotolo and Eddy (1977) 以樣品燃燒氧化及 IC 層析分析，20 分鐘內分析出有機物質中之氯、溴、磷、硫；Nagashima *et al.* (1985) 也以相似分析方法，分析時間則縮短到 10 分鐘。非金屬離子之分析，以氧彈燃燒後，可使有機質無機化成氟、氯離子及溴酸根、碘酸根等，因溴酸根、碘酸根在 IC 層析之導電檢測能力較弱，故需使用水合聯氨 (Hydrazine hydrate) 為還原劑，將酸根吸收還原後，加以 IC 分析 (Rubin, 1987)。

---

(1) 行政院農業委員會畜產試驗所研究報告第 1207 號

(2) 行政院農業委員會畜產試驗所營養組

### (3) 通訊作者

隨著儀器設備之精進，IC 解析效率也隨之提昇。植物樣品經燃燒後釋放出之氯離子以水收吸，並以 IC 層析之，則 2 分鐘即可分離出氯離子，並定量之 (Busman *et al.*, 1983)，其分析結果與比色法相同，一工作天可完成 40 個樣品分析。在牛奶液體樣品，經加酸沉澱蛋白質後，以 IC 層析碘離子，4 分鐘左右即可檢測出來 (Dionex, 1998)。使用 IC 測定廢水中氟、氯、溴、硝酸根、亞硝酸根、磷酸根、硫酸根等陰離子之實驗室間比較試驗結果，22 個實驗室各分析項目之相對標準偏差為 6%，分析精確度與離子濃度成反比 (Edgell *et al.*, 1994)。

與傳統灰化、滴定分析法，依不同的測定元素、樣品，其分析步驟迥異，且費時之結果比較，IC 分析法有快速、正確分析之效果。本試驗擬以氧彈燃燒法進行飼料中碘成分之分析，建立一快速且準確之例行分析條件。

## 材料與方法

### I. 儀器設備

- (i) 熱量計 (Leco, AC-350)。
- (ii) 離子層析儀 (DIONEX, DX-100)，使用導電度偵測器及具陽離子樹脂薄膜抑制裝置。
- (iii) 分析管柱：Ionpac As16 (填充乙基乙烯基苯交叉聯結 55% 之二乙烯基苯，ethylvinylbenzene crosslinked with 55% divinylbenzene)。並加裝與層析管相同材質之保護管。
- (iv) 洗流液：35 mM 氫氧化鈉 (NaOH)，流速 1.0 ml/min。
- (v) 自動取樣器 (Spectra System, AS-3500)，注入體積 10  $\mu$ l。

### II. 試驗藥品

碘化鉀 (KI，分析級)、水合聯氨 [(NH<sub>2</sub>)<sub>2</sub>·H<sub>2</sub>O，分析級]、氫氧化鈉 (NaOH)、乙二醇 [(CH<sub>2</sub>OH)<sub>2</sub>，分析級]。

### III. 試驗材料

使用玉米粉為基質，添加碘化鉀標準品做為回收率試驗之樣品；另採用市售海草粉、畜禽用礦物質補助飼料及碘化酪蛋白等含碘礦物質樣品，供不同前處理比較試驗之用。

### IV. 試驗方法

- (i) 樣品燃燒處理程序：秤取試驗樣品 0.5~1 g，打粒後精秤，並置於氧彈 (Oxygen Bomb) 內，剪取約 10 cm 著火線 (fuse wire)，固定在環電極及直電極上，並緊密壓於樣品，氧彈中放入 10 ml 2% 水合聯氨液做為還原碘酸根溶液之吸收液。將樣品放入氧彈，並灌充氧氣 420 psi 後，放入熱量計，而熱量計外槽盛裝 2000 g 蒸餾水，並點火燃燒樣品。樣品前處理完成後，取出氧彈，並劇烈振盪之，使游離之碘被吸收還原，試液稀釋定量後，經 0.22  $\mu$ m 濾膜過濾，以 IC 分析之，每處理均採五重複。
- (ii) 回收率及檢測極限試驗  
玉米粉中添加碘化鉀標準品，分別製作含碘 1、5、10、50、100 及 500 ppm 之標準品，進行碘回收率試驗。
- (iii) 方法偵測極限：以玉米粉及標準分析級碘化鉀配製已知濃度之樣品，經打粒後分析碘含量，並依化學分析的偵測極限 (凌等，1994)，進行方法檢測極限試驗。

(iv) 前處理比較試驗：

- (1) 樣品打粒與否對分析值之影響
- (2) 助燃劑乙二醇之添加對分析值之影響。

## 結果與討論

飼料樣品在高氧高壓下燃燒，結合於有機質上之碘將被釋放，並以碘酸根形式存在，經還原成碘離子後，層析結果如圖 1，大約在 8.6 分鐘，即可檢測出碘成分。

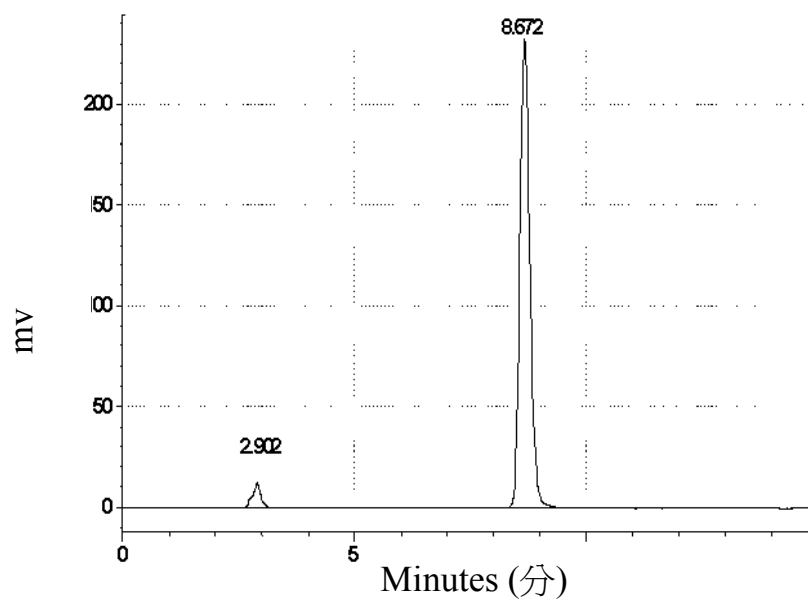


圖 1. 碘離子在離子層析儀之層析結果。

Fig. 1. The diagraphy of iodine on ion chromatography.

玉米中添加不同濃度之含碘試藥，經打粒燃燒後，以離子層析分析碘之含量，並計算其回收率，結果如表 1 所示。碘之回收率可達 85% 以上，不同添加濃度之回收率無顯著差異存在 ( $P = 0.241$ )；添加濃度在 5 ppm 以上者，重複分析偏差低於 5%，當濃度降至 1 ppm 時，分析重複偏差變大 ( $SD = 15.99\%$ )。

為了解此一分析方法之檢測極限 (Method detected limit, MDL)，以玉米為基質，添加不同濃度之碘試液，進行 MDL 試驗。依據凌等 (1994) 之 MDL 測試方法，當樣品添加 1.6 ppm 與 2.4 ppm 之碘離子濃度時，經數據分析計算，得本分析方法之 MDL 為 0.43 ppm (表 2)。

表 1. 試樣中添加不同濃度標準試藥樣之回收率試驗

Table 1. Recovery rate of iodine analysis

Concentration of iodine, ppm	Recovery rate <sup>a</sup> , %						SD
	1	2	3	4	5	Mean	
500	94.00	92.85	93.18	95.02	96.52	94.31	1.49
100	98.96	92.72	95.60	97.18	91.00	95.09	3.24
50	85.14	87.60	88.86	88.42	88.94	87.79	1.58
10	90.19	94.04	86.67	86.75	86.88	88.91	3.23
5	89.50	80.95	88.62	84.07	84.74	85.58	3.50
1	105.00	95.14	100.00	94.34	64.16	91.73	15.99

<sup>a</sup> Five replicates.

表 2. 碘分析之方法偵測極限

Table 2. The method detected limit of iodine analysis

Conc. of iodine, ppm	Recovery rate <sup>a</sup> , ppm							S	F < 3.05	S <sub>pooled</sub>	MDL = 2.681 × S <sub>pooled</sub>
	1	2	3	4	5	6	7				
1.6	1.551	1.646	1.497	1.454	1.730	1.402	1.466	0.116			
									2.722	0.159	0.43
2.4	2.081	2.115	2.143	2.362	1.907	1.776	1.929	0.192			

<sup>a</sup> Seven replicates.

依據上述分析程序分析各含碘樣品，以了解對未知樣品之檢測能力，但有部份樣品無法打粒，故進行打粒比較試驗。樣品分別採打粒與不打粒之方式，添加助燃劑及還原劑溶液後進行分析。由表 3 結果顯示，樣品打粒與否對碘之分析結果無顯著差異存在，僅碘試樣 (test sample 3) 之分析差異為 0.02% ( $P = 0.015$ ) 外，其餘試樣之分析差異在 0%~0.01%，統計分析並無差異性，故樣品打粒不影響分析值，不打粒反而可省時、省力。

飼料樣品由各類穀物混合而成，在氧彈之高氧狀態下可完全燃燒，但對含有機成分稀少之礦物質補助飼料，不但打粒不易，甚而無法燃燒，則需添加助燃劑。比較助燃劑乙二醇添加是否影響分析值，則將試樣經打粒，分別以添加與不添加 2 ml 助燃劑乙二醇，氧彈內以 2% 水合聯氨液 10 ml 為吸收劑，進行分析。結果 (表 4) 顯示，除海草粉 (test sample 1) 與含碘試樣 (test sample 6)，分析值差異不顯著外，其餘樣品對於助燃劑添加與否，其分析值差異顯著存在 ( $P < 0.01$ )，且由分析值比較之，處理間之分析差異最高可達 0.17%；甚且有 3 個測試樣品在不添加助燃劑之條件下則無法燃燒，經 IC 層析後，亦無碘之檢測值。故對無法燃燒之樣品，前處理過程中，助燃劑乙二醇之添加是必要的。

表 3. 打粒對碘分析值之影響

Table 3. Effect of pelleting on iodine analysis value

Sample name	Control (A)		Pellet (B)		Difference (A – B)
	Value	SD	Value	SD	
			%		
Mineral supplement 1	0.12	0.01	0.13	0.01	-0.01
Mineral supplement 2	0.23	0.01	0.24	0.01	-0.01
Mineral supplement 3	0.32	0.02	0.31	0.01	+0.01
Mineral supplement 4	0.20	0.01	0.20	0.02	0.00
Test sample 1	0.11	0.01	0.11	0.01	0.00
Test sample 2	0.11	0.01	0.10	0.01	+0.01
Test sample 3	0.24	0.01	0.22	0.01	+0.02
Test sample 4	0.13	0.01	0.13	0.02	0.00
Test sample 5	0.10	0.01	0.10	0.01	0.00
Test sample 6	0.14	0.01	0.13	0.01	+0.01
Test sample 7	0.19	0.02	0.18	0.03	+0.01

表 4. 添加助燃劑乙二醇對試樣之碘含量分析結果

Table 4. Effect of adding ethylene glycol on iodine analysis

Sample name	Control (A), %		+ Ethylene glycol (B), %		Difference (A – B)
	value	SD	value	SD	
			%		
Mineral supplement 1	0.07	0.01	0.13	0.01	-0.06
Mineral supplement 2	0.19	0.02	0.24	0.01	-0.05
Mineral supplement 3	0.14	0.02	0.31	0.01	-0.17
Mineral supplement 4	0.05	0.01	0.20	0.02	-0.15
Test sample 1	0.10	0.01	0.11	0.01	-0.01
Test sample 2	0.04	0.01	0.10	0.01	-0.06
Test sample 3	*	*	0.22	0.01	—
Test sample 4	0.10	0.01	0.13	0.02	-0.03
Test sample 5	*	*	0.10	0.01	—
Test sample 6	0.12	0.01	0.13	0.01	-0.01
Test sample 7	*	*	0.18	0.03	—

\* The sample can't be burned by oxygen bomb.

由以上試驗結果，可知含碘試樣，經由秤重後直接添加助燃劑，置於含 2% 水合聯氨 10 ml 之吸收液之氧彈中，由熱量計點火燃燒之，再經 IC 分析，則於 8.6 分鐘即可測知碘含量，方法檢測極限可達 0.43 ppm。流程中不需耗用傳統之多項藥品，操作簡單、省時亦較無干擾因子，還可同時檢測其他元素，可供例行性分析工作之參考。

## 誌 謝

本試驗承化驗室陳碧慧小姐、陳秋華小姐等協助分析工作，使本試驗得以順利完成，特此致謝。

## 參考文獻

- 洪平。1986。飼料原料要覽。p. 383。
- 凌永健、陳秋雲、黃依萍。1994。化學分析的偵測極限（上）。科儀新知 16(1)：70～83。
- AOAC. 1995. Official Methods of Analysis of the Association of Official Analytical Chemists, 16<sup>th</sup>. ed.
- Busman, L. M., R. P. Dick and M A. Tabatabai. 1983. Determination of total sulfur and chlorine in plant materials by ion chromatography. Soil Sci. Am. J. 47：1167～1170.
- Colaruotolo, J. F. and R. S Eddy. 1977. Determination of chlorine, bromine, phosphorus, and sulfur in organic molecules by ion chromatography. Anal. Chem. 49：884～885.
- Dionex. 1998. The determination of iodide in milk products. Application Note 37. Dionex Corporation, Sunnyvale, U.S.A.
- Edgell, K. W., J. E. Longbottom and J. D. Pfaff. 1994. Determination of inorganic anions in water by ion chromatography: collaborative study. J. AOAC 77(5)：1253～1263.
- Ma, T. S. and C. Y. Wang. 1986. Organic elemental analysis. Anal. Chem. 58：144R～152R.
- Nagashima H., K. Kuboyama and K. Ono. 1985. Simultaneous multi-elementary analysis of fluorine, chlorine, bromine, and sulfur in organic compounds by ion chromatography. BUNSEKI KAGAKU 34：381～385。
- Rubin, R. B. 1987. A review of combustion-ion chromatography - A powerful technique for non-metal elemental analysis. Pittsburgh Conference on Analytical Chemistry and Applied Spectroscopy. Pittsburgh, U.S.A.

# Iodine determination in feeds and feed additives<sup>(1)</sup>

Mian-Lian Lee<sup>(2)</sup>, Chin-Duan Ma<sup>(2)</sup> and A-Li Hsu<sup>(2)</sup>

Received : Dec. 31, 2002 ; Accepted : Aug. 29, 2003

## Abstract

Iodine in feeds and feed additives were determined using the Ion chromatography (IC) method following combustion in an oxygen bomb calorimeter. Absorbent hydrazine hydrate was added to the samples and combusted in a oxygen bomb calorimeter with ethylene glycol as the fuel. The extract was then filtered and iodine was determined with the IC. This method can detect the iodine in 8.6 minutes, if an Ionpac As16 column is used under 35 mM sodium hydroxide as the eluent at a flow rate of 1.0 mL/min. The recovery rate for this method reached 90~100%. The detected limit of this method (MDL) was 0.43 ppm. It is suggested that the iodine in feeds and feed additives could be detected using this method, resulting in a faster and accurate outcome.

Key words : Iodine analysis, Ion chromatograph, Feed and feed additives.

---

(1) Contribution No. 1207 from Livestock Research Institute, Council of Agriculture, Executive Yuan.  
(2) Nutrition Division, COA-LRI, Hsinhua 712, Tainan, Taiwan, R. O. C.  
(3) Corresponding author, E-mail: mainlian@mail.tlri.gov.tw