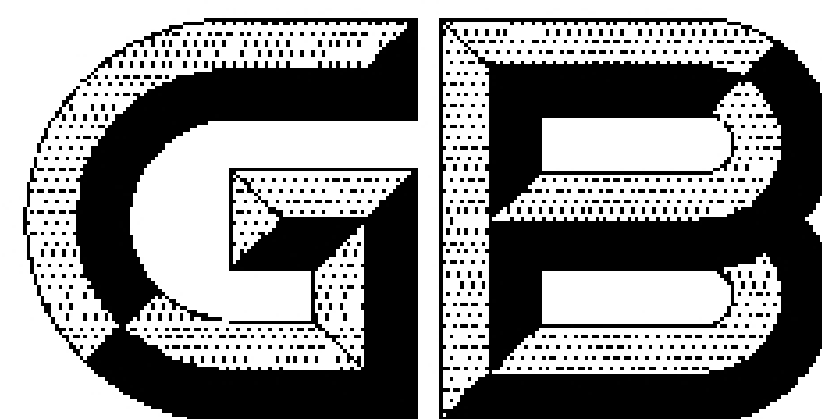




中华人民共和国国家标准

GB/T 31577—2015

粮油检验 小麦粉损伤淀粉测定 安培计法

Inspection of grain and oils—
Determination of damaged starch—Amperometric method

2015-05-15 发布

2015-11-23 实施

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局 发布
中国国家标准化管理委员会

前 言

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本标准由国家粮食局提出。

本标准由全国粮油标准化技术委员会(SAC/TC 270)归口。

本标准起草单位：国家粮食局科学研究院、国家粮食局标准质量中心。

本标准起草人：陈瑶、孙辉、姜薇莉、常柳、曹颖君。

粮油检验

小麦粉损伤淀粉测定 安培计法

1 范围

本标准规定了利用安培计测定小麦粉损伤淀粉的原理、仪器与器具、试剂、扦样、操作过程、结果计算、精密度和结果报告。

本标准适用于小麦粉损伤淀粉的测定。

2 规范性引用文件

下列文件对于本文件的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件,仅注日期的版本适用于本文件。凡是不注日期的引用文件,其最新版本(包括所有的修改单)适用于本文件。

GB 5491 粮食、油料检验 扦样、分样法

GB/T 5497 粮食、油料检验 水分测定法

GB/T 5511 谷物和豆类 氮含量测定和粗蛋白质含量计算 凯氏法

3 术语和定义

下列术语和定义适用于本文件。

3.1

损伤淀粉 damaged starch

在碾磨过程中受到机械损伤而产生破损的淀粉颗粒。

4 原理

在一定条件下,小麦粉悬浮液中损伤淀粉越多,碘吸收越多,通过悬浮液的电流越小。经电化学反应,产生出与被测小麦粉质量成一定比例的碘,并通过样品所吸收碘的量,确定样品中损伤淀粉的含量。

5 仪器与器具

5.1 损伤淀粉测定仪¹⁾(参见附录 A):仪器应定期进行校准,具有如下技术参数:

——搅拌棒转速:(1 200±5)r/min;

——振动马达转速:(8 500±2 000)r/min;

——加热器电阻:直径 8 mm,功率 60 W;

——测量棒:直径 6 mm,4 个铂电极;

——NTC(负温度系数)热敏电阻传感器:10 kΩ,0℃~80℃,35℃控温精度为 1%。

1) 本标准是以法国 CHOPIN 公司生产的 SDmatic 为基础制定。提供该信息是为了方便本标准用户的使用,而不是对该仪器的认可。所有满足试验要求的仪器均可使用。

5.2 天平:感量 0.01 g、0.001 g。

5.3 量筒:50 mL、100 mL。

6 试剂

6.1 0.1 mol/L 硫代硫酸钠($\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$):准确称取 15.82 g 硫代硫酸钠放入容量瓶中,加入蒸馏水定容至 1 L。

6.2 硼酸(H_3BO_3)。

6.3 碘化钾(KI)。

6.4 除非有特定说明,使用的试剂为分析纯,水为蒸馏水、去离子水或同等纯度的水。

7 扦样

按 GB/T 5491 的要求进行扦样。实验室收到的样品应具有代表性,在运输或储存过程中不得受损或发生变化。

8 操作过程

8.1 水分含量测定

按 GB/T 5497 测定样品的水分含量。

8.2 蛋白质含量测定

按 GB/T 5511 测定样品的蛋白质含量,以干基计。

8.3 反应溶液制备

分别称取 $3.0\text{ g}\pm0.2\text{ g}$ 硼酸(6.2)和 $3.0\text{ g}\pm0.2\text{ g}$ 碘化钾(6.3),倒入一个干燥洁净的损伤淀粉测定仪的玻璃反应杯中,加入 $120\text{ mL}\pm0.1\text{ mL}$ 蒸馏水或去离子水,同时加入 1 滴 0.1 mol/L 硫代硫酸钠溶液,待用。

8.4 称样

用仪器专用样品小匙取样,称取 $1.000\text{ g}\pm0.100\text{ g}$ 小麦粉。

8.5 测试

将玻璃反应杯放置到仪器的正确位置,放下测量棒。输入准确的样品质量(精确到 0.001 g)、蛋白质含量(干基)和水分值,将样品插入仪器的送样口,按仪器说明书要求开始进行测试。测试完毕,记录得到的碘吸收率($A_i\%$)、UCD 和 UCDc。

8.6 清洗

测试完成后,冲洗并清洁测量棒、加热器电阻和样品搅拌器。洗净反应杯并干燥,保证不留残。

8.7 平行试验

同一个样品做两次试验。

9 结果计算

测试结果由仪器按下列公式自动计算,得到标准条件下(14%水分,12%蛋白)单位损伤淀粉值(UCD)及用水分和蛋白质修正后的单位损伤淀粉值(UCDc),计算公式如下:

$$B = -266.82 \times (1 - A) + 36.962 \quad \dots\dots\dots (1)$$

$$C = (100 \times B) / (126 - H - P) \quad \dots\dots\dots (2)$$

式中:

B ——标准条件下(14%水分,12%蛋白)单位损伤淀粉值,以 UCD 表示;

A ——碘吸收率,以 $A_i\%$ 表示;

C ——用样品水分和蛋白质含量按特定公式修正后的单位损伤淀粉值,以 UCDc 表示;

H ——样品水分含量,%;

P ——样品蛋白质干基含量,%。

测定结果保留小数点后一位数字。

10 精密度

10.1 重复性

由同一位操作人员在同一实验室、在同一台仪器上,短时间内对相同样品用相同方法进行测试。两次测试结果的绝对差值超过重复性限(r)的情况不大于 5%。为方便使用,附录 A 中列出了相应测试值的重复性限值。

重复性限(r)公式如下:

$$A_i\%: r = (-0.007 \times A + 0.7871) \times 2.8 \quad \dots\dots\dots (3)$$

$$UCD: r = (-0.007 \times B + 0.4739) \times 2.8 \quad \dots\dots\dots (4)$$

式中:

A ——碘吸收率,以 $A_i\%$ 表示;

B ——标准条件下(14%水分,12%蛋白)单位损伤淀粉值,以 UCD 表示。

10.2 再现性

在不同实验室内,由不同操作人员使用不同仪器,对相同样品用相同方法进行测试。两次测试结果的绝对差值超过再现性限(R)的情况不大于 5%。为方便使用,附录 A 中列出了相应测试值的再现性限值。

再现性限(R)公式如下:

$$A_i\%: R = (-0.03 \times A + 3.0745) \times 2.8 \quad \dots\dots\dots (5)$$

$$UCD: R = (-0.041 \times B + 1.5222) \times 2.8 \quad \dots\dots\dots (6)$$

式中:

A ——碘吸收率,以 $A_i\%$ 表示;

B ——标准条件下(14%水分,12%蛋白)单位损伤淀粉值,以 UCD 表示。

10.3 实验室间精密度验证结果

参见附录 B。

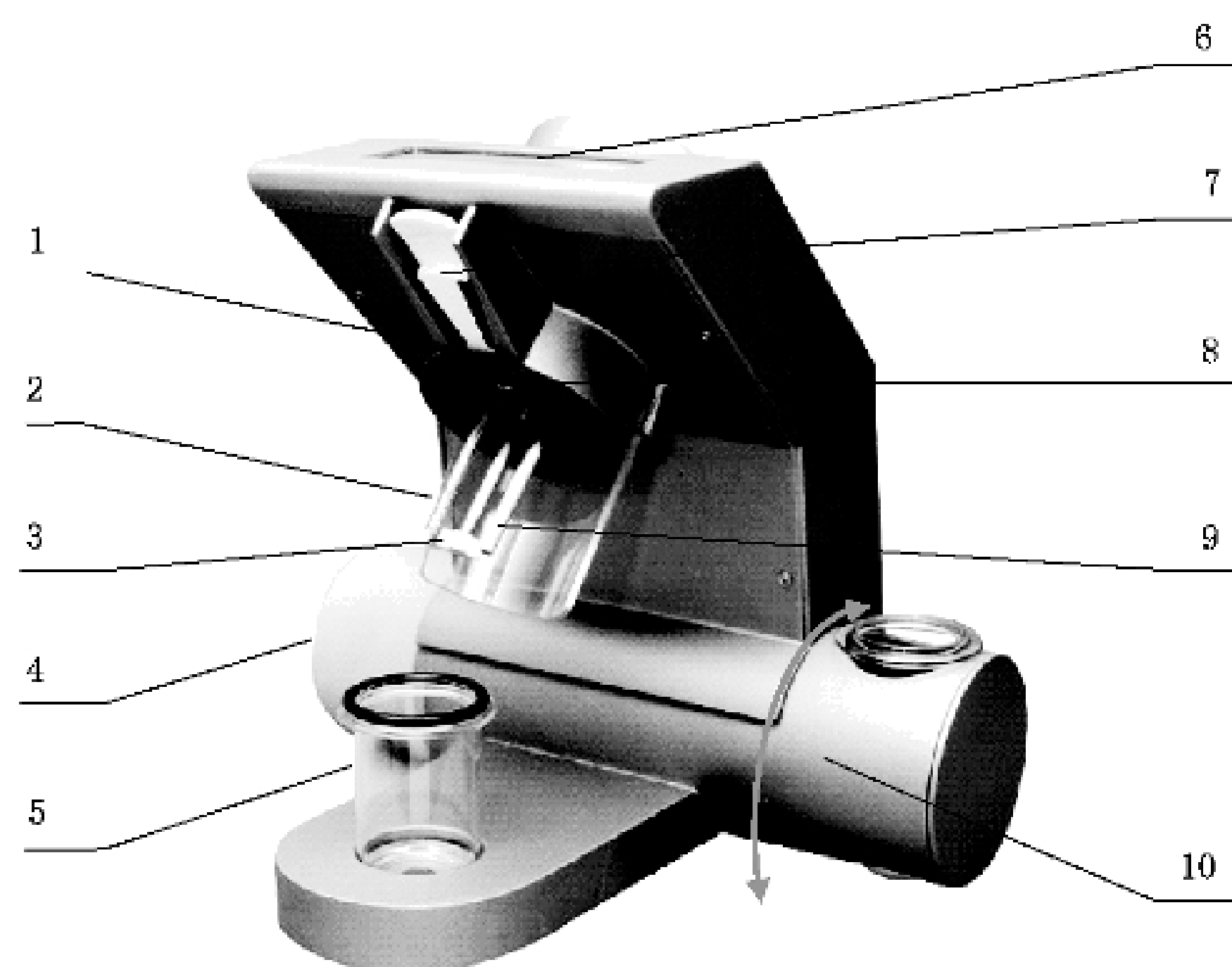
11 结果报告

测试报告应包括以下内容：

- 完整地识别样品所需的全部信息；
- 操作方法；
- 数值结果及误差；
- 所有可能对结果有影响而本标准未列出的信息；
- 测定结果。

附录 A
(资料性附录)
损伤淀粉测定仪

损伤淀粉测定仪主要包括加热器电阻、样品搅拌器、测量棒和玻璃反应杯及数据输出系统,如图 A.1 所示。



说明:

- 1——送样口;
- 2——测量棒(测量电极);
- 3——搅拌棒;
- 4——清洗用接杯;
- 5——反应杯;
- 6——触摸屏(数据输出系统);
- 7——样品小匙;
- 8——振动马达;
- 9——加热器电阻;
- 10——样品预热区。

图 A.1 损伤淀粉测定仪构造图

附 录 B
(资料性附录)
实验室间精密度验证结果

B.1 实验室间小麦粉测试结果

本标准进行了两次实验室间精密度验证试验,分别是 2004 年由法国 CHOPIN 公司组织在 15 家实验室对 8 个样品进行的国际实验室间验证和 2012 年由国家粮食局科学研究院组织 11 家实验室对 6 个样品进行的验证试验。综合两次验证试验所得出的统计结果如表 B.1 和表 B.2 所示。精密度标准差拟合曲线图见图 B.1 和图 B.2。

表 B.1 小麦粉 $A_i\%$ 数值统计结果

2004 年实验室间测试								
面粉编号	5	1	4	7	2	6	8	3
实验室	15	15	15	15	15	15	15	15
总平均值	87.33	89.26	90.27	90.41	91.66	93.55	95.08	95.10
重复性标准差 S_r	0.16	0.14	0.12	0.16	0.12	0.17	0.10	0.09
重复性限 $r(2.8 \times S_r)$	0.43	0.40	0.32	0.45	0.33	0.48	0.27	0.25
重复性变异系数/%	0.2	0.2	0.1	0.2	0.1	0.2	0.1	0.1
再现性标准差 S_R	0.43	0.27	0.35	0.4	0.35	0.23	0.17	0.19
再现性限 $R(2.8 \times S_R)$	1.19	0.75	0.96	1.12	0.98	0.65	0.48	0.54
再现性变异系数/%	0.5	0.3	0.4	0.5	0.4	0.3	0.2	0.2
2012 年实验室间测试								
面粉编号	1	5	2	3	4	6		
实验室	11	11	11	10	10	9		
总平均值	90.34	91.68	93.73	93.90	94.93	95.97		
重复性标准差 S_r	0.23	0.10	0.13	0.16	0.15	0.08		
重复性限 $r(2.8 \times S_r)$	0.64	0.29	0.38	0.44	0.41	0.22		
重复性变异系数/%	0.3	0.1	0.1	0.2	0.2	0.1		
再现性标准差 S_R	0.57	0.19	0.49	0.31	0.25	0.11		
再现性限 $R(2.8 \times S_R)$	1.59	0.52	1.37	0.86	0.71	0.31		
再现性变异系数/%	0.6	0.2	0.5	0.3	0.3	0.1		

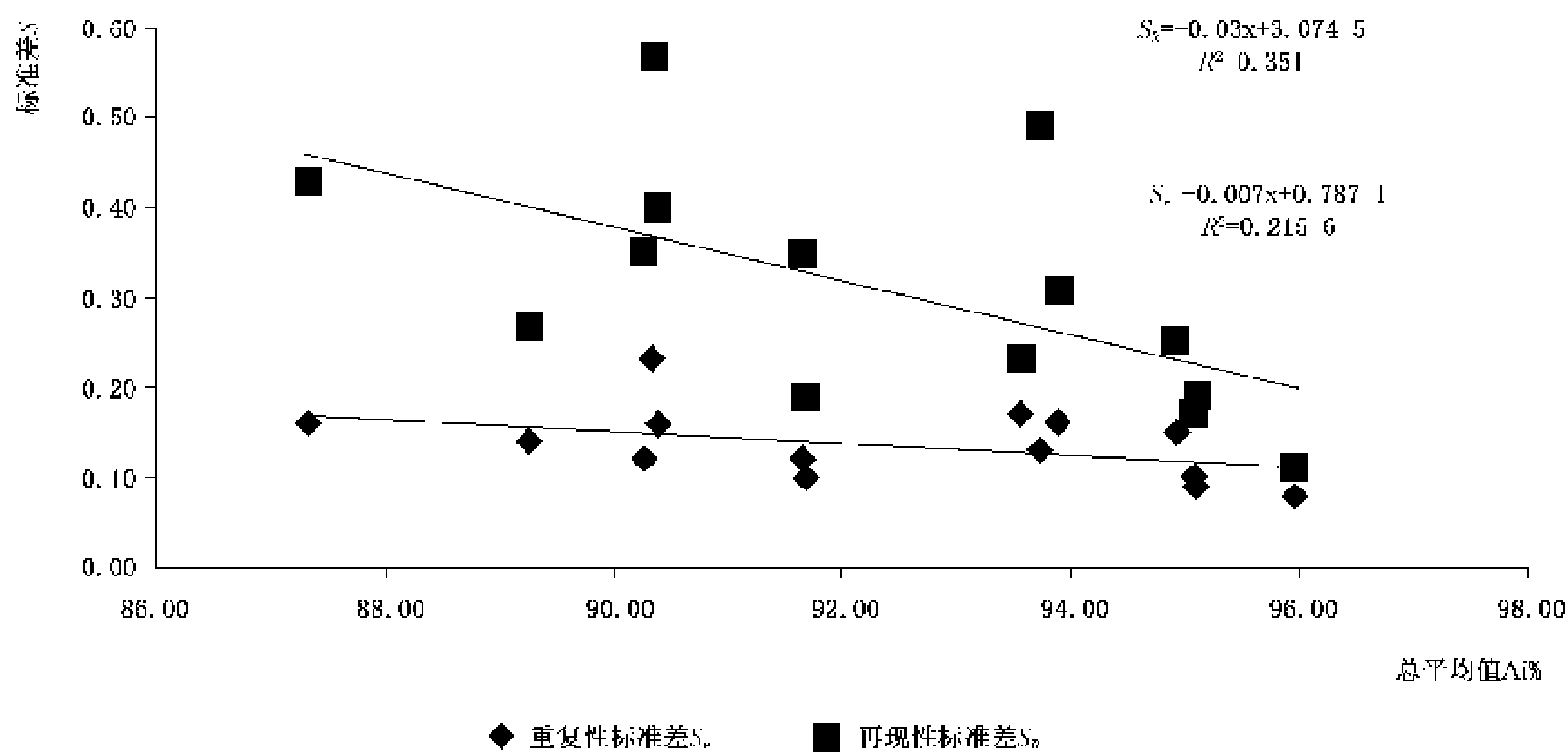


图 B.1 小麦粉 Ai%值精密度标准差拟合曲线图

表 B.2 小麦粉 UCD 数值统计结果

2004 年实验室间测试								
面粉编号	5	1	7	4	2	6	8	3
实验室	15	15	15	15	15	15	15	15
总平均值	3.0	8.2	11.2	11.2	14.6	19.7	23.8	23.8
重复性标准差 S_r	0.4	0.4	0.5	0.3	0.3	0.5	0.2	0.2
重复性限 $r(2.8 \times S_r)$	1.1	1.0	1.2	0.9	0.8	1.3	0.7	0.6
重复性变异系数/%	13.5	4.4	4.0	2.9	2.0	2.4	1.0	0.9
再现性标准差 S_R	1.2	0.8	1.2	1	0.9	0.6	0.5	0.6
再现性限 $R(2.8 \times S_R)$	3.4	2.1	3.4	2.6	2.6	1.7	1.3	1.5
再现性变异系数/%	40.5	9.4	10.8	8.4	6.5	3.1	1.9	2.3
2012 年实验室间测试								
面粉编号	1	5	2	3	4	6		
实验室	11	11	11	10	10	9		
总平均值	11.5	14.7	20.1	20.7	23.3	26.1		
重复性标准差 S_r	0.57	0.29	0.40	0.41	0.38	0.21		
重复性限 $r(2.8 \times S_r)$	1.6	0.8	1.1	1.1	1.1	0.6		
重复性变异系数/%	5.0	2.0	2.0	2.0	1.6	0.8		
再现性标准差 S_R	2.02	0.51	1.09	0.56	0.69	0.22		
再现性限 $R(2.8 \times S_R)$	5.7	1.4	3.1	1.6	1.9	0.6		
再现性变异系数/%	17.6	3.5	5.4	2.7	3.0	0.8		

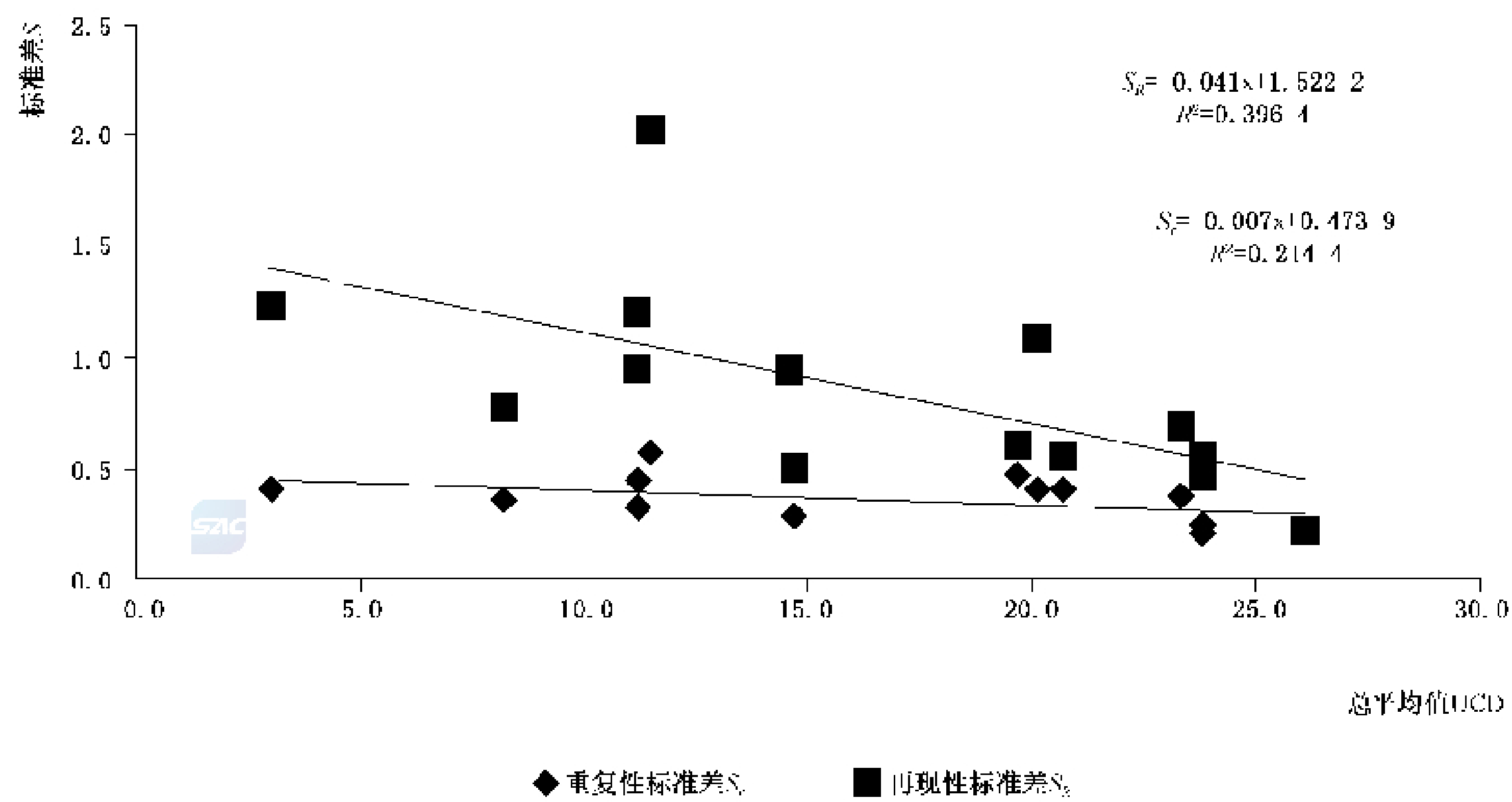


图 B.2 小麦粉 UCD 值精密度标准差拟合曲线图

B.2 实际应用中小麦粉损伤淀粉试验的重复性限(r)

小麦损伤淀粉试验的 $A_i\%$ 值的范围为 87.3~96.1, 重复性限(r)换算值见表 B.3。UCD 值的范围为 3.0~26.5, 重复性限(r)换算值见表 B.4。

表 B.3 小麦粉破损淀粉 $A_i\%$ 值重复性限(r)

$A_i\%$	重复性限 r	$A_i\%$	重复性限 r	$A_i\%$	重复性限 r
87.3	0.49	90.3	0.43	93.3	0.38
87.5	0.49	90.5	0.43	93.5	0.37
87.7	0.48	90.7	0.43	93.7	0.37
87.9	0.48	90.9	0.42	93.9	0.36
88.1	0.48	91.1	0.42	94.1	0.36
88.3	0.47	91.3	0.41	94.3	0.36
88.5	0.47	91.5	0.41	94.5	0.35
88.7	0.47	91.7	0.41	94.7	0.35
88.9	0.46	91.9	0.40	94.9	0.34
89.1	0.46	92.1	0.40	95.1	0.34
89.3	0.45	92.3	0.39	95.3	0.34
89.5	0.45	92.5	0.39	95.5	0.33
89.7	0.45	92.7	0.39	95.7	0.33
89.9	0.44	92.9	0.38	95.9	0.32
90.1	0.44	93.1	0.38	96.1	0.32

表 B.4 小麦粉破损淀粉 UCD 值重复性限(*r*)

UCD	重复性限 <i>r</i>	UCD	重复性限 <i>r</i>	UCD	重复性限 <i>r</i>
3.0	1.3	11.0	1.1	19.0	1.0
3.5	1.3	11.5	1.1	19.5	0.9
4.0	1.2	12.0	1.1	20.0	0.9
4.5	1.2	12.5	1.1	20.5	0.9
5.0	1.2	13.0	1.1	21.0	0.9
5.5	1.2	13.5	1.1	21.5	0.9
6.0	1.2	14.0	1.1	22.0	0.9
6.5	1.2	14.5	1.0	22.5	0.9
7.0	1.2	15.0	1.0	23.0	0.9
7.5	1.2	15.5	1.0	23.5	0.9
8.0	1.2	16.0	1.0	24.0	0.9
8.5	1.2	16.5	1.0	24.5	0.8
9.0	1.2	17.0	1.0	25.0	0.8
9.5	1.1	17.5	1.0	25.5	0.8
10.0	1.1	18.0	1.0	26.0	0.8
10.5	1.1	18.5	1.0	26.5	0.8

B.3 实际应用中小麦粉损伤淀粉试验的再现性限(*R*)

小麦损伤淀粉试验的 *Ai*%值的范围为 87.3~96.1,再现性限(*R*)换算值见表 B.5。UCD 值的范围为 3.0~26.5,再现性限(*R*)换算值见表 B.6。

表 B.5 小麦粉破损淀粉 *Ai*%值再现性限(*R*)

<i>Ai</i> %	再现性限 <i>R</i>	<i>Ai</i> %	再现性限 <i>R</i>	<i>Ai</i> %	再现性限 <i>R</i>
87.3	1.28	90.3	1.02	93.3	0.77
87.5	1.26	90.5	1.01	93.5	0.75
87.7	1.24	90.7	0.99	93.7	0.74
87.9	1.23	90.9	0.97	93.9	0.72
88.1	1.21	91.1	0.96	94.1	0.70
88.3	1.19	91.3	0.94	94.3	0.69
88.5	1.17	91.5	0.92	94.5	0.67
88.7	1.16	91.7	0.91	94.7	0.65
88.9	1.14	91.9	0.89	94.9	0.64
89.1	1.12	92.1	0.87	95.1	0.62
89.3	1.11	92.3	0.86	95.3	0.60
89.5	1.09	92.5	0.84	95.5	0.59
89.7	1.07	92.7	0.82	95.7	0.57
89.9	1.06	92.9	0.81	95.9	0.55
90.1	1.04	93.1	0.79	96.1	0.54



表 B.6 小麦粉破损淀粉 UCD 值再现性限(*R*)

UCD	再现性限 <i>R</i>	UCD	再现性限 <i>R</i>	UCD	再现性限 <i>R</i>
3.0	3.9	11.0	3.0	19.0	2.1
3.5	3.9	11.5	2.9	19.5	2.0
4.0	3.8	12.0	2.9	20.0	2.0
4.5	3.7	12.5	2.8	20.5	1.9
5.0	3.7	13.0	2.8	21.0	1.9
5.5	3.6	13.5	2.7	21.5	1.8
6.0	3.6	14.0	2.7	22.0	1.7
6.5	3.5	14.5	2.6	22.5	1.7
7.0	3.5	15.0	2.5	23.0	1.6
7.5	3.4	15.5	2.5	23.5	1.6
8.0	3.3	16.0	2.4	24.0	1.5
8.5	3.3	16.5	2.4	24.5	1.4
9.0	3.2	17.0	2.3	25.0	1.4
9.5	3.2	17.5	2.3	25.5	1.3
10.0	3.1	18.0	2.2	26.0	1.3
10.5	3.1	18.5	2.1	26.5	1.2



参 考 文 献

- [1] AACC 76-33.01 Determination of damaged starch—Amperometric method
 - [2] ICC N°172 Flour from wheat (T. Aestivum)—Determination of damaged starch by an amperometric method using the SDmatic
 - [3] GB/T 9826—2008 粮油检验 小麦粉破损淀粉测定 α -淀粉酶法
 - [4] GB/T 6379.2—2004 测量方法与结果的准确度（正确度与精密度） 第2部分：确定标准测量方法重复性与再现性的基本方法
-