



中华人民共和国国家标准

GB/T 20375—2006/ISO 11216:1998

变性淀粉 羧甲基淀粉中羧甲基含量的测定

Modified starch—Determination of content of carboxymethyl groups in carboxymethyl starch

(ISO 11216:1998, IDT)



2006-03-14 发布

2006-10-01 实施



中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局
中国国家标准化管理委员会

发布

中 华 人 民 共 和 国
国 家 标 准
变性淀粉 羧甲基淀粉中羧甲基
含量的测定

GB/T 20375—2006/ISO 11216:1998

*

中国标准出版社出版发行
北京复兴门外三里河北街16号
邮政编码:100045

网址 www.spc.net.cn

电话:68523946 68517548

中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷

各地新华书店经销

*

开本 880×1230 1/16 印张 0.75 字数 11 千字
2006年10月第一版 2006年10月第一次印刷

*

书号: 155066 • 1-28216 定价 10.00 元

如有印装差错 由本社发行中心调换

版权专有 侵权必究

举报电话:(010)68533533



GB/T 20375-2006

前 言

本标准等同采用 ISO 11216:1998《变性淀粉——羧甲基淀粉中羧甲基含量的测定》(英文版),其内容和结构与 ISO 11216:1998 一致。

本标准的附录 A 为资料性附录。

本标准由中国商业联合会提出。

本标准由中国商业联合会商业标准中心归口。

本标准起草单位:江南大学食品学院、吉林淀粉批发市场、中国淀粉工业协会变性淀粉专业委员会。

本标准主要起草人:顾正彪、张燕萍、洪雁、陈洪兴、钟立满、何林、秦海丽、周心怡。

变性淀粉 羧甲基淀粉中羧甲基含量的测定

1 范围

本标准规定了羧甲基淀粉中羧甲基含量的测定方法。

本标准适用于测定羧甲基质量分数为 1.6%~10.0%之间的样品。

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。

ISO 1666 淀粉——水分含量测定——烘箱法

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法

3 术语和定义

下列术语和定义适用于本标准。

3.1

羧甲基含量 carboxymethyl group content

酸式羧甲基质量在酸式羧甲基淀粉试样中所占的比例。

注:羧甲基含量用质量分数表示。

4 原理

用盐酸酸化淀粉溶液或淀粉悬浮液使羧甲基盐全部转化成酸式。淀粉用甲醇沉淀,澄清后,再用砂芯玻璃坩埚进行过滤,过量的酸性物质可以通过甲醇洗涤而完全除去,将淀粉干燥。称取一定量的干燥的淀粉,加入适度过量的标准氢氧化钠溶液处理,样品中过量的氢氧化钠用标准盐酸溶液反滴定。

5 试剂和材料

所用试剂均为分析纯。

5.1 水:所用的水应完全符合 GB/T 6682 规定的三级。所用水应不含二氧化碳。

5.2 甲醇:100%。

5.3 盐酸(HCl)溶液: $c=4\text{ mol/L}$ 。

5.4 氢氧化钠(NaOH)溶液: $c=0.1\text{ mol/L}$,不含二氧化碳。

5.5 酚酞酒精溶液: $c=10\text{ g/L}$ (溶于体积分数为 90%的乙醇中)。

5.6 稀盐酸(HCl)溶液: $c=0.1\text{ mol/L}$ 。

5.7 氯化钠(NaCl)。

6 仪器

一般实验仪器和专用仪器。

6.1 烧杯:150 mL。

- 6.2 pH 计。
- 6.3 机械搅拌器:具有高剪切和防破裂能力。
- 6.4 烧杯:500 mL。
- 6.5 砂芯坩锅:容量为 40 mL,孔隙率为 P40(孔径 $\phi 16\ \mu\text{m}\sim 40\ \mu\text{m}$)。
- 6.6 烘箱:能保持 $40^\circ\text{C}\pm 2^\circ\text{C}$,通风防爆。
- 6.7 研杵和研钵。
- 6.8 试验筛:孔径为 $800\ \mu\text{m}$ 。
- 6.9 螺旋式磨粉机。
- 6.10 磁力搅拌器。

7 取样

实验室取到的样品应具有真正的代表性,且在运输和贮存过程中没有被破坏或改变,这对于实验的精确度是至关重要的。

8 样品的制备

将样品过孔径为 $800\ \mu\text{m}$ 筛子(6.8)。不能通过筛子的样品,再用螺旋式磨粉机(6.9)研磨,至其全部通过 $800\ \mu\text{m}$ 筛子。充分混匀样品。

9 操作方法

警告:甲醇是此分析中的关键原料,其使用量相当大,甲醇有毒且易燃,所有必要的安全防范措施、防爆通风橱必须一直工作,所有使用的机械和电气设备应该具有防爆功能,除此之外,废弃甲醇的处置应当与法定的要求一致。

9.1 样品预备

称取约 3 g(精确至 0.001 g)准备好的实验样品,置于 150 mL 的烧杯中(6.1)。

9.2 羧甲基淀粉盐的转化

用 3 mL 甲醇(5.2)润湿样品并用刮勺搅拌均匀,加入 75 mL 水(5.1)搅拌至完全分散;

注:对于高粘度淀粉,需加入 6 mL 甲醇和 100 mL 水才能得到完全搅拌的溶液。

用盐酸(5.3)将溶液酸化至 $\text{pH}=1$ [用 pH 计(6.2)测量],用搅拌器(6.3)搅拌 30 min。

9.3 酸式羧甲基淀粉的沉淀

加入 300 mL 甲醇(5.2)于 500 mL 的烧杯(6.4)中,将溶解好的实验样品溶液滴入甲醇中,同时用力搅拌。

注:如果实验样品是用 100 mL 水分散(参照 9.2 中的注),则需用 400 mL 甲醇使淀粉沉淀。

样品悬浮液加完后,继续搅拌约 1 min,盖上烧杯,静置 2 h。

9.4 酸式羧甲基淀粉的洗涤

将烧杯中的上清液慢慢倒出,并收集在一合适的容器中,在真空状态下用砂芯坩锅过滤残余物,抽干后,再在滤饼中加入 25 mL 甲醇(5.2),搅拌,重复上述步骤,直至过滤残液 pH 值大于 3.5,用甲醇进行最后一次洗涤。

将滤饼从砂芯坩锅中转移到表面皿上,置于 40°C 的烘箱(6.6)中干燥几小时。

9.5 用于滴定的实验样品

用研杵和研钵(6.7)研碎干燥的沉淀物。

称取约 1.5 g(精确到 0.000 1 g)上述试样放入 150 mL 烧杯中(6.1)。

注:称样量应使羧甲基质量在 $0.5\ \text{mmol}\sim 1.5\ \text{mmol}$ 范围内。

9.6 滴定

用 2 mL 甲醇润湿样品(5.2)并加入 75 mL 水(5.1)使之溶解,在沸水浴中将烧杯中的物质加热到

90℃,然后使之冷却至室温再继续下一步骤。

加入 25.00 mL 氢氧化钠溶液(5.4)于上述溶液中,在烧杯上盖上箔片并用磁力搅拌器(6.10)搅拌 1 h。滴入 2~3 滴酚酞溶液(5.5)用稀盐酸溶液(5.6)滴定至刚好无色。

注 1: 如果采用电位滴定法,则滴定应在密闭容器中进行,滴定终点为 pH=9.0。

注 2: 如果用于滴定的溶液非常粘稠,可以加入 50 mg 氯化钠(5.7)(最大量)降低其粘度。

9.7 空白的滴定

加入 25.00 mL 氢氧化钠溶液(5.4)至 150 mL 的烧杯中(6.1),再加 2 mL(5.2)甲醇和 75 mL 水(5.1),按 9.6 中所述,用稀盐酸(5.6)滴定。

9.8 水分含量

按照 ISO 1666 的要求,称取约 1 g 用于滴定的实验样品(9.5),测定其水分含量。

10 结果计算

10.1 酸式羧甲基的质量分数 w_c (以干淀粉计),数值以%表示,按式(1)计算:

$$w_c = \frac{c \times M_c \times (V_b - V_s) \times 100}{m} \times \frac{100}{100 - w_m} \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中:

c ——用于滴定的稀盐酸(5.6)摩尔浓度,单位为摩尔每升(mol/L);

M_c ——酸式羧甲基摩尔质量($-\text{CH}_2-\text{COOH}$), $M_c=58$ g/mol;

V_b ——空白滴定时消耗的稀盐酸体积,单位为毫升(mL);

V_s ——样品滴定时消耗的稀盐酸体积,单位为毫升(mL);

m ——用于滴定的实验样品(9.5)的质量,单位为毫克(mg);

w_m ——滴定用实验样品(9.5)的水分质量分数,%(精确至 0.01%)。

10.2 羧甲基淀粉取代度的定义是每摩尔脱水葡萄糖单位结合的羧甲基的量,以干淀粉计,运用式(2)计算羧甲基淀粉的取代度。

$$x_c = \frac{w_c \times M_a}{(100 - w_c) \times M_c} \quad \dots\dots\dots (2)$$

式中:

x_c ——干燥实验样品的羧甲基淀粉取代度;

w_c ——干燥实验样品的羧甲基质量分数,%;

M_a ——脱水葡萄糖的摩尔质量, $M_a=162$ g/mol;

M_c ——与淀粉反应后酸式羧甲基的摩尔质量, $M_c=58$ g/mol。

结果采取四舍五入,精确至 0.001 单位。

11 精密度

11.1 实验室间的测定

实验室测定方法的精密度详细情况参见附录 A,实验室测得的数据在样品浓度以一定的梯度变化和矩阵变化时不适用。

11.2 重复性

两次单独实验结果是在短的时间间隔内,由同一实验仪器、操作人员在相同实验室里使用同一实验材料和方法获得的。它们的绝对差值不能超过 5%。

——酸式羧甲基的质量分数(干基)为 1.6%时,两个实验结果的绝对差不超过平均值的 7.9%;

——酸式羧甲基的质量分数(干基)在 5.9%~7.5%之间时,两个实验结果的绝对差不超过平均值的 3.8%。

11.3 再现性

在很短的时间间隔内,在同一实验室中由同一实验者采用同样的仪器、同样的材料、同样的方法进行的两个独立的实验结果绝对差值不应超过5%。

- 酸式羧甲基的质量分数(干基)为1.6%时,两个实验结果的绝对差值不应超过平均值的23.8%;
- 酸式羧甲基的质量分数(干基)在5.9%~7.5%之间时,两个实验结果的绝对差值不应超过平均值的15%。

12 实验报告

实验报告要列出:

- 样品完整识别须用的必要资料;
- 取样方法;
- 实验方法;
- 获得的实验结果;
- 若重复性已被核对,最后获得的结果;
- 本标准中还应提及所有的未列出的或非必要的操作细节,以及可能影响实验结果的任何偶然的细节。

附 录 A
(资料性附录)
实验室间实验结果统计

十四个实验室按本标准进行实验,对四个不同的羧甲基马铃薯淀粉试样分别进行实验。
所有实验结果根据 GB/T 6379^[1] 经统计分析得出,给出的精确数值如表 A.1 所示。

表 A.1

参 数	样品 ^a			
	1	2	3	4
消去异常数据后的实验室数目	13	12	13	12
有异常数据的实验室数目	1	2	1	2
可接受的实验结果	26	24	26	24
羧甲基含量平均值/(%)(质量分数)	7.46	1.62	5.96	5.94
重复性标准偏差 S_r /(%)(质量分数)	0.102	0.045	0.064	0.042
重复性变异系数/(%)	1.36	2.78	1.08	0.71
重复性限 $r[r=2.8 \times S_r]$ /(%)(质量分数)	0.287	0.128	0.182	0.119
再现性标准偏差 S_R /(%)(质量分数)	0.381	0.136	0.315	0.271
再现性变异系数/(%)	5.11	8.37	5.29	4.56
再现性限 $R[R=2.8 \times S_R]$ /(%)(质量分数)	1.078	0.385	0.891	0.767
^a 所有样品皆为羧甲基马铃薯淀粉。				

参 考 文 献

- [1] GB/T 6379—1996 测试方法的精密度 通过实验室间试验确定标准测试方法的重复性和再现性
-