



# 中华人民共和国国家标准

GB/T 15683—XXXX  
代替 GB/T 15683-2008

## 粮油检验 大米直链淀粉含量的测定

Inspection of grain and oils --Determination of amylose content in rice

(点击此处添加与国际标准一致性程度的标识)

(征求意见稿)

在提交反馈意见时，请将您知道的相关专利连同支持性文件一并附上。

XXXX - XX - XX 发布

XXXX - XX - XX 实施

国家市场监督管理总局  
国家标准化管理委员会 发布

## 前 言

本文件按照GB/T 1.1—2020《标准化工作导则 第1部分：标准化文件的结构和起草规则》的规定起草。

本文件代替GB/T 15683—2008《大米 直链淀粉含量的测定》，与GB/T 15683—2008相比，除结构调整和编辑性改动外，主要技术变化如下：

- 增加了第二法及适用范围（见1）；
- 修改了试剂（见5.1）；
- 增加了试剂配制，修改脱蛋白溶液（见5.2）；
- 增加了马铃薯直链淀粉标准品的来源（见5.3.1）；
- 增加了支链淀粉标准品的来源（见5.3.2）；
- 增加了超声脱脂方法（见5.4.1.1.2）；
- 增加了烘箱平衡水分方法（见5.4.1.2.2）；
- 增加了冷分散方法（见5.4.1.3.2）
- 修改了支链淀粉标准品制备步骤（见5.4.2）；
- 增加了仪器和设备（见6）
- 删除了扦样章节；
- 修改了重复性和再现性描述（见9）
- 在附录A添加了马铃薯直链淀粉标准品制备（A.1）；
- 添加了附录C实验室间比对测试结果。

请注意本文件的某些内容可能涉及专利。本文件的发布机构不承担识别专利的责任。

本文件由国家粮食和物资储备局提出。

本文件由全国粮油标准化技术委员会（SAC/TC 270）归口。

本文件起草单位：湖北省粮油食品质量监督检测中心、国家粮食和物资储备局标准质量中心、南京财经大学、国家粮食和物资储备局科学研究院、河南工业大学、吉林省产品质量监督检验院、深圳市计量质量检测研究院。

本文件主要起草人：熊宁、刘坚、刘利、张艳、徐广超、袁建、孙婷琳、王佳雅、周兰影、李锦才、李树朋、吴莉莉、许诗尧、秦时聪、周显青、汪海峰、王潇、高素君、项玥。

# 粮油检验 大米直链淀粉含量的测定

## 1 范围

本文件规定了非熟化大米中直链淀粉含量的测定方法。

本文件第一法适用于直链淀粉含量高于5%（以质量计）的大米，在延伸应用范围得到确认后，也可以用于玉米、小米和其他谷物的测定。

本文件第二法适用于直链淀粉含量高于5%（以质量计）的大米。

## 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 5009.3 食品安全国家标准 食品中水分的测定

GB 5009.9 食品安全国家标准 食品中淀粉的测定

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法

## 3 术语和定义

### 3.1

**直链淀粉 Amylose**

淀粉中的多聚糖成分，其中葡萄糖单位主要以直链状结构连接成的大分子。

### 3.2

**支链淀粉 Amylopectin**

淀粉中的多聚糖成分，其中葡萄糖单位主要以支链状结构连接成的大分子。

## 第一法 脱脂法

## 4 原理

将试样粉碎至一定细度，脱脂、平衡水分后分散在氢氧化钠溶液中，向一定量的试样分散液中加入碘试剂，使用分光光度计于720 nm处测定显色复合物的吸光度。利用马铃薯直链淀粉和支链淀粉的混合标样绘制校正曲线，外标法定量。

## 5 试剂和材料

除另有规定外，本方法所用试剂均为分析纯，水为 GB/T 6682 规定的三级水。

### 5.1 试剂

5.1.1 甲醇 (CH<sub>3</sub>OH)。

5.1.2 95%乙醇 (CH<sub>3</sub>CH<sub>2</sub>OH)。

5.1.3 氢氧化钠 (NaOH)。

5.1.4 冰乙酸 (CH<sub>3</sub>COOH)。

5.1.5 碘化钾 (KI)。

5.1.6 碘 (I<sub>2</sub>)。

## 5.2 试剂配制

5.2.1 氢氧化钠溶液 (1.0 mol/L)：称取 4.00 g 氢氧化钠 (5.1.3)，缓慢加入 60 mL 水，溶解后加水稀释至 100 mL，混匀。

5.2.2 氢氧化钠溶液 (0.09 mol/L)：称取 0.36 g 氢氧化钠 (5.1.3)，缓慢加入 60 mL 水，溶解后加水稀释至 100 mL，混匀。

5.2.3 氢氧化钠溶液 (3 g/L)：称取 0.30 g 氢氧化钠 (5.1.3)，缓慢加入 60 mL 水，溶解后加水稀释至 100 mL，混匀。

5.2.4 冰乙酸溶液 (1 mol/L)：移取 5.7 mL 冰乙酸 (5.1.4)，缓慢加水 60 mL 水，溶解后加水稀释至 100 mL，混匀。

5.2.5 碘试剂 (2 g/L)：用具盖称量瓶称取 2.000 g±0.005 g 碘化钾 (5.1.5)，加适量的水以形成饱和溶液，加入 0.200 g±0.001 g 碘 (5.1.6)，碘全部溶解后将溶液定量移至 100 mL 棕色容量瓶中，加蒸馏水至刻度，摇匀。现配现用，避光保存。

## 5.3 标准品

5.3.1 马铃薯直链淀粉。可自行制备，也可购买商品化马铃薯直链淀粉产品。马铃薯直链淀粉必须满足附录 A 中 A.2 要求。

5.3.2 支链淀粉。可用糯米自行制备 (见 5.4.2)，也可购买商品化支链淀粉产品。支链淀粉的碘结合力应该小于 0.2%，参见附录 A。

## 5.4 标准溶液配制

### 5.4.1 马铃薯直链淀粉标准溶液配制 (1 mg/mL)

依次按 5.4.1.1 对马铃薯直链淀粉进行脱脂，按 5.4.1.2 平衡水分，按 5.4.1.3 分散。

#### 5.4.1.1 脱脂

##### 5.4.1.1.1 索氏抽提脱脂

称取 0.5 g 马铃薯直链淀粉样品于脱脂袋 (6.5) 中，扎紧放置于装有甲醇的抽提器 (6.6) 中，甲醇需浸没脱脂袋，以 5 滴/秒~6 滴/秒的速度抽提回流 4 h~6 h，或用等效的抽提仪器进行脱脂。

##### 5.4.1.1.2 超声波脱脂

称取 0.5 g 马铃薯直链淀粉样品于脱脂袋（6.5）中，扎紧放置于装有甲醇的广口瓶中，甲醇需浸没脱脂袋，再将广口瓶放置水温  $50\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 1\text{ }^{\circ}\text{C}$  的超声波水浴锅（6.7）内，超声 30 min。

#### 5.4.1.2 水分平衡

##### 5.4.1.2.1 自然平衡

将索氏抽提脱脂后的马铃薯直链淀粉样品放在一个适当的盘子上铺开，放置 2 天，以使残余的甲醇挥发并达到水分平衡。

##### 5.4.1.2.2 烘箱平衡

将索氏抽提脱脂或超声波脱脂后的马铃薯直链淀粉样品挥发干甲醇后置于  $90\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$  干燥箱（6.12）中，加热 30 min，取出置于干燥器内冷却至室温。

注：挥发甲醇时使用通常的安全防护措施，如在通风橱中进行操作；

脱脂后的马铃薯直链淀粉如结块需研磨至粉状。

#### 5.4.1.3 分散

##### 5.4.1.3.1 热分散

称取  $100\text{ mg} \pm 0.5\text{ mg}$  经脱脂及水分平衡后的马铃薯直链淀粉于 50 mL 烧杯（6.10）中，准确加入 1.0 mL 乙醇（5.1.2），将粘在杯壁上的直链淀粉冲下，加入 9.0 mL 1 mol/L 的氢氧化钠溶液（5.2.1），并轻轻摇匀形成混合物。将混合物在水浴锅（6.9）中沸水加热 10 min，以分散马铃薯直链淀粉，取出冷却到室温，转移至 100 mL 容量瓶中（6.8）。加水至刻度，剧烈摇匀。1 mL 此标准溶液含 1 mg 直链淀粉。

##### 5.4.1.3.2 冷分散

称取  $100\text{ mg} \pm 0.5\text{ mg}$  经脱脂及水分平衡后的马铃薯直链淀粉于 50 mL 烧杯（6.10）中，准确加入 1.0 mL 乙醇（5.1.2），将粘在杯壁上的直链淀粉冲下，加入 9.0 mL 1 mol/L 的氢氧化钠溶液（5.2.1），并轻轻摇匀形成混合物。将混合物用磁力搅拌器（6.13）以  $800\text{ r/min} \sim 1000\text{ r/min}$  搅拌 10 min，分散马铃薯直链淀粉，取出搅拌子，用少量水反复多次冲洗搅拌子至混合物中，再转入 100 mL 容量瓶中（6.8）。加水至刻度，剧烈摇匀。1 mL 此标准溶液含 1 mg 直链淀粉。

#### 5.4.2 支链淀粉标准溶液配制（1 mg/mL）

将糯米用旋风磨（6.2）碾磨成细粉，后置于均质器（6.1）中，加入氢氧化钠溶液（5.2.3）搅拌彻底去蛋白质，向均质器中加水搅拌洗涤至上层水呈中性，将过滤收集的支链淀粉置于滤纸上自然晾干。然后按照马铃薯直链淀粉标准溶液配制（5.4.1）制备支链淀粉标准溶液。购买的商品化支链淀粉产品按照马铃薯直链淀粉标准溶液配制（5.4.1）制备支链淀粉标准溶液。

## 6 仪器和设备

6.1 均质器：转速不小于 2000 r/min。

6.2 旋风磨：配  $150\text{ }\mu\text{m} \sim 180\text{ }\mu\text{m}$ （100 目 $\sim$ 80 目）筛，推荐使用 0.5 mm 筛片，或其他等效研磨设备。

6.3 样品筛： $150\text{ }\mu\text{m} \sim 180\text{ }\mu\text{m}$ （100 目 $\sim$ 80 目）筛。

6.4 分光光度计：配有 1 cm 比色皿，可在 720 nm 处测量吸光度。

6.5 脱脂袋：用直径 12.5 cm 的中速滤纸折叠成的滤纸包。

6.6 脂肪抽提器：能采用甲醇回流抽提样品，速度为 5 滴/秒 $\sim$ 6 滴/秒。

6.7 超声波水浴锅：可控温，最大使用温度可达 100 ℃。

6.8 容量瓶：100 mL。

6.9 水浴锅：可控温，最大使用温度可达 100 ℃。

6.10 烧杯：50 mL。

6.11 分析天平：感量 0.01 g，0.0001 g。

6.12 电热恒温干燥箱。

6.13 磁力搅拌器：配搅拌子，转速可达 1000 r/min。

6.14 流动注射分析仪。

## 7 操作步骤

### 7.1 试样制备

取至少 10 g 样品用旋风磨（6.2）粉碎成粉末，并通过规定筛网（6.3）。按照 5.4.1.1 进行脱脂。脱脂后的试样按 5.4.1.2 进行平衡水分。

### 7.2 样品溶液制备

称量 100 mg ± 0.5 mg 试样于 50 mL 烧杯（6.10）中，准确加入 1.0 mL 乙醇（5.1.2）到试样中，将粘在杯壁上的试样冲下。移取 9.0 mL 的 1.0 mol/L 氢氧化钠溶液（5.2.1）到烧杯中，并轻轻摇匀，随后将混合物按 5.4.1.3 进行分散，加水定容。

### 7.3 空白溶液制备

采用与样品溶液制备（7.2）相同的操作步骤及试剂，使用 5.0 mL 0.09 mol/L 氢氧化钠溶液（5.2.2）替代 100 mg ± 0.5 mg 试样，制备空白溶液。

### 7.4 校正曲线的绘制

#### 7.4.1 系列标准溶液的制备

按照表 1 混合配制马铃薯直链淀粉标准溶液（5.4.1）和支链淀粉标准溶液（5.4.2）及 0.09 mol/L 氢氧化钠溶液（5.2.2）的混合液，制备成系列标准溶液。

表 1 系列标准溶液

直链淀粉含量 (干基)/%	马铃薯直链淀粉标准液 (5.4.1)/mL	支链淀粉标准液 (5.4.2)/mL	0.09 mol/L 氢氧化钠 (5.2.2) /mL
0	0	18	2
10	2	16	2
20	4	14	2
25	5	13	2
30	6	12	2
35	7	11	2

直链淀粉含量 (干基)/%	马铃薯直链淀粉标准液 (5.4.1)/mL	支链淀粉标准液 (5.4.2)/mL	0.09 mol/L 氢氧化钠 (5.2.2) /mL
<sup>a</sup> 上述数据基于大米的平均淀粉含量为90%计算所得。			

#### 7.4.2 显色和吸光度测定

准确移取5.0 mL标准系列溶液（7.4.1）到预先加入约50 mL水的100 mL容量瓶（6.8）中，加1.0 mL冰乙酸溶液（5.2.4），摇匀，再加入2.0 mL碘试剂（5.2.5），加水至刻度，摇匀，静置10 min。

分光光度计（6.4）用空白溶液（7.3）调零，在720 nm处测定系列标准溶液的吸光度。

#### 7.4.3 绘制校正曲线

以吸光度为纵坐标，系列标准溶液的直链淀粉含量为横坐标，绘制校正曲线。直链淀粉含量以大米干基质量分数表示。

#### 7.5 样品溶液测定

准确移取5.0 mL样品溶液（7.2）加入到预先加入约50 mL水的100 mL容量瓶（6.8）中，从加入冰乙酸溶液（5.2.4）开始，按照7.4.2步骤操作。

分光光度计（6.4）用空白溶液（7.3）调零，在720 nm处测定样品溶液的吸光度值。

注：可以用流动注射仪（6.14）来代替分光光度计测定（参见附录B）。

### 8 结果表示

由样品的吸光度值（7.5）在校正曲线（7.4.3）中查得样品溶液的直链淀粉含量，表示为该样品的直链淀粉含量（干基）。测定结果用平行测定的算术平均值表示，结果保留小数点后一位。

### 9 精确度

#### 9.1 重复性

在同一实验室，由同一操作者使用相同设备，按照相同测试方法，在短时间内，对同一被测对象进行测试获得的两次测试结果差的绝对值大于平均值的10%的情况不超过5%。

#### 9.2 再现性

在不同实验室，由不同的操作者使用不同设备，按照相同测试方法，对同一被测对象，进行测试获得的两次测试结果的绝对差值大于平均值的30%的情况不超过5%。

## 第二法 非脱脂法

### 10 原理

将试样粉碎至一定细度，不进行脱脂处理，在氢氧化钠溶液中进行热分散或冷分散，然后向一定量的试样分散液中加入碘试剂，最后使用分光光度计于720 nm处测定显色复合物的吸光度。

以第一法测定直链淀粉含量的系列大米样品或有证标准物质绘制校正曲线，外标法定量。

注：有证标准物质标示值为第一法测定值。

## 11 试剂和材料

除另有规定外，本方法所用试剂均为分析纯，水为GB/T 6682规定的三级水。

### 11.1 试剂

11.1.1 95%乙醇 ( $\text{CH}_3\text{CH}_2\text{OH}$ )。

11.1.2 氢氧化钠 ( $\text{NaOH}$ )。

11.1.3 冰乙酸 ( $\text{CH}_3\text{COOH}$ )。

11.1.4 碘试剂 ( $\text{I}_2$ )。

### 11.2 试剂配制

11.2.1 氢氧化钠溶液 (1.0 mol/L)：同 5.2.1。

11.2.2 氢氧化钠溶液 (2.0 mol/L)：称取 8.00 g 氢氧化钠，缓慢加入 60 mL 水，溶解后加水稀释至 100 mL，混匀。

11.2.3 氢氧化钠溶液 (0.09 mol/L)：同 5.2.2。

11.2.4 氢氧化钠溶液 (0.18 mol/L)：称取 0.72 g 氢氧化钠，缓慢加入 60 mL 水，溶解后加水稀释至 100 mL，混匀。

11.2.5 冰乙酸溶液 (1 mol/L)：同 5.2.4。

11.2.6 碘试剂 (2 g/L)：同 5.2.5。

## 12 仪器

12.1 旋风磨：配 150  $\mu\text{m}$ ~180  $\mu\text{m}$  (100 目~80 目) 筛，推荐使用配置 0.5 mm 筛片，或其他等效研磨设备。

12.2 样品筛：150  $\mu\text{m}$ ~180  $\mu\text{m}$  (100 目~80 目) 筛。

12.3 分光光度计：配有 1 cm 比色皿，可在 720 nm 处测量吸光度。

12.4 容量瓶：100 mL。

12.5 水浴锅：可控温，最大使用温度可达 100  $^{\circ}\text{C}$ 。

12.6 磁力搅拌器：配搅拌子，转速可达 1000r/min。

12.7 烧杯：50 mL。

12.8 分析天平：感量 0.01g、0.0001 g。

## 13 操作步骤

### 13.1 水分测定



按照GB 5009.3,对试样和标准样品进行水分含量检测。

## 13.2 试样的制备

取至少4 g大米用旋风磨(12.1)粉碎成粉末,并通过100目~80目筛网(12.2)。

## 13.3 样品溶液制备

### 13.3.1 热分散

称量100 mg±0.5 mg试样(13.2)于50 mL烧杯(12.7)中,准确加入1 mL乙醇(11.1.1)到试样中,将粘在杯壁上的试样冲下,轻轻摇匀使试样全部浸润,准确移取9.0 mL氢氧化钠溶液(11.2.1)到烧杯中,轻轻摇匀。随后将混合物在沸水浴(12.5)中加热10 min,以分散淀粉。取出冷却至室温,转移到100 mL容量瓶中(12.4)。加蒸馏水定容并剧烈振摇混匀。

### 13.3.2 冷分散

称量100 mg±0.5 mg试样(13.2)于50 mL烧杯(12.7)中,准确加入1 mL乙醇(11.1.1)到试样中,将粘在杯壁上的试样冲下,轻轻摇匀使试样全部浸润,准确移取9.0 mL的氢氧化钠溶液(11.2.2)到烧杯中,轻轻摇匀。随后将混合物在磁力搅拌器(12.6)以800 r/min~1000 r/min搅拌10 min,以分散淀粉。取出搅拌子,用少量水反复多次冲洗搅拌子至混合物中,再转移到100 mL容量瓶中(12.4)。加水至刻度,剧烈摇匀。

## 13.4 空白溶液制备

采用与样品溶液制备(13.3)时相同的操作步骤及试剂,热分散法用5.0 mL 0.09 mol/L氢氧化钠溶液(11.2.3)替代100 mg±0.5 mg试样,制备空白溶液。冷分散法用5.0 mL 0.18 mol/L氢氧化钠溶液(11.2.4)替代100 mg±0.5 mg试样,制备空白溶液。

## 13.5 校正曲线绘制

### 13.5.1 系列标准溶液制备

在直链淀粉含量检测范围内,选取至少四个不同含量的大米样品,按照13.2、13.3步骤处理,制备系列标准溶液。对于其中每个样品,要求按照第一法测定其直链淀粉含量(质量分数),测定次数不少于20次;或选择有证标准物质按照13.3处理,制备系列标准溶液。

### 13.5.2 显色和吸光度测定

准确移取5.0 mL系列标准溶液到预先加入约50 mL水的100 mL容量瓶(12.4)中,热分散法加1.0 mL冰乙酸溶液(11.2.5)或冷分散法加2.0 mL冰乙酸溶液(11.2.5),摇匀,再加入2.0 mL碘液(11.2.6),加水至刻度,摇匀,静置10 min。

分光光度计(12.3)用空白溶液(13.4)调零,在720 nm处测定系列标准溶液的吸光度。

### 13.5.3 绘制校正曲线

以吸光度为纵坐标,系列标准样品的直链淀粉湿基含量 $A_{wi}$ 为横坐标,绘制校正曲线。系列标准样品的直链淀粉含量 $A_{wi}$ 按式(1)计算。

$$A_{wi} = \frac{A_{di} \times (100 - \omega_i)}{100} \dots\dots\dots (1)$$

式中:

- $A_{wi}$  ——系列标准样品的直链淀粉含量（湿基），%；  
 $A_{di}$  ——按第一法测得的系列大米样品或有证标准物质的直链淀粉含量（干基），%；  
 $\omega_i$  ——系列大米样品或有证标准物质的水分含量，单位为克每百克（g/100g）。

### 13.6 样品溶液测定

准确移取5.0 mL样品溶液（13.3）加入到预先加入约50 mL水的100 mL容量瓶（12.4）中，从加入冰乙酸溶液（11.2.5）开始，按照13.5.2步骤操作。

分光光度计（12.3）用空白溶液（13.4）调零，在720 nm处测定样品溶液的吸光度值。

注：可以用流动注射仪来代替分光光度计测定。

## 14 结果表示

由样品的吸光度值（13.6）在校正曲线（13.5.3）中查得样品直链淀粉含量（湿基），最终表示为该样品的直链淀粉含量（干基），按式（2）计算。

$$A_d = \frac{100 \times A_w}{100 - \omega} \dots\dots\dots (1)$$

式中：

- $A_d$  ——样品直链淀粉的含量（干基），单位为百分比（%）；  
 $A_w$  ——在校正曲线（13.5.3）上得到样品直链淀粉含量（湿基），单位为百分比（%）；  
 $\omega$  ——样品的水分含量，单位为克每百克（g/100g）。

测定结果用平行测定的算术平均值表示，结果保留小数点后一位。。

## 15 精密度

### 15.1 重复性

在同一实验室，由同一操作者使用相同设备，按照相同测试方法，在短时间内，对同一被测对象，进行测试获得的两次测试结果差的绝对值大于平均值的10%的情况不超过5%。

### 15.2 再现性

在不同实验室，由不同的操作者使用不同的设备，按照相同的测试方法，对同一被测对象，进行测试获得的两次测试结果的绝对差值大于平均值的30%的情况不超过5%。

## 附录 A

(资料性附录)

## 马铃薯直链淀粉标准品制备方法

## A.1 马铃薯直链淀粉标准品制备

## A.1.1 试剂

除第5章中的试剂外,还需要下列试剂:

A.1.1.1 盐酸溶液 (1.5 mol/L): 量取 13.5 mL 盐酸,注入 100 mL 水中,摇匀。

A.1.1.2 正丁醇 ( $\text{CH}_3\text{CH}_2\text{CH}_2\text{CH}_2\text{OH}$ )。

A.1.1.3 异戊醇 ( $(\text{CH}_3)_2\text{CHCH}_2\text{CH}_2\text{OH}$ )。

## A.1.2 仪器

除第6章中的仪器外,还需要以下仪器。

A.1.2.1 离心机: 转速可达 4000 r/min。

A.1.2.2 冰箱: 控温区可达 ( $2\text{ }^\circ\text{C}\sim 4\text{ }^\circ\text{C}$ )。

## A.1.3 制备步骤

称取100 g新鲜马铃薯,洗净,削皮,切块,放入均质器中,加水200 mL,捣碎1 min。过80 目筛,收集滤液,并用水洗涤筛上物,弃去筛上物,滤液静置后弃去上清液。

取沉淀物,加水200 mL,再加入200 mL 1.0 mol/L 氢氧化钠溶液 (5.2.1),在85 °C 水浴 (6.8) 上加热搅拌20 min至完全分散,冷却,以4000 r/min离心20 min,取上清液用1.5 mol/L 盐酸溶液调至pH 6.5,然后加入1:1 (V/V) 正丁醇-异戊醇80 mL,在85 °C 水浴中加热10 min,冷却至室温,移入冰箱内 ( $2\text{ }^\circ\text{C}\sim 4\text{ }^\circ\text{C}$ ),静置24 h,去掉上层污物层,以4000 r/min离心20 min,弃去上清液,沉淀物为粗直链淀粉。

用饱和正丁醇水溶液洗涤沉淀物,4000 r/min离心15 min,将沉淀物转入200 mL饱和正丁醇水溶液中,在85 °C 水浴中加热溶解10 min~15 min,冷却至室温,移入冰箱内 ( $2\text{ }^\circ\text{C}\sim 4\text{ }^\circ\text{C}$ ),静置 24 h,弃去上层污物层,以4000 r/min离心10 min,收集沉淀物,沉淀物再加入200 mL饱和正丁醇水溶液中,在85 °C 水浴中加热溶解,反复纯化3次。最后沉淀物用无水乙醇反复洗涤离心3 次~4 次,分散于盘中2天,使残余乙醇挥发及水分达到平衡,即得马铃薯直链淀粉标准品。

## A.2 马铃薯直链淀粉标准品应满足以下要求

A.2.1 直链淀粉的碘结合力介于19%~20%。

A.2.2 碘-淀粉结合体的最大吸光度值,  $A_{\text{max}}$ , 应在640 nm $\pm$ 10 nm之间。

A.2.3 淀粉的质量分数在99%以上 (以干基计)。

## A.3 碘结合力的测试

## A.3.1 试剂

除第5章中的试剂外,还需要下列试剂:

A.3.1.1 碘化钾溶液 (0.1 mol/L)。

A.3.1.2 碘酸钾溶液 (0.0010 mol/L)。

### A.3.2 仪器

除第6章中的仪器外，还需要下列仪器：

A.3.2.1 微量滴定管：1 mL、2 mL。

A.3.2.2 电位计：精确到±0.1 mV，配有铂工作电极和甘汞参比电极或氧化还原复合电极。

### A.3.3 步骤

按照5.4.1制备马铃薯直链淀粉标准分散液。

移取5.0 mL马铃薯直链淀粉分散液到200mL烧杯中，加85mL水，5.0 mL 1 mol/L冰乙酸溶液 (5.2.4) 和5.0 mL碘化钾溶液 (A.3.1.1)。然后用微量滴定管 (A.3.2.1) 向烧杯中滴加碘酸钾溶液 (A.3.1.2)，每滴0.05 mL，每加一滴1 min后用电位滴定法测定电位，结果以mV计。终点可由滴定曲线的二阶导数图计算。

### A.3.4 计算

碘结合力可按式 (A.1) 计算。

$$x = \frac{0.7610}{m(1-\omega)} \times V \times 100 \dots\dots\dots (A.1)$$

式中：

$x$  ——碘结合力，%；

$m$  ——直链淀粉总量，单位为毫克 (mg)；

$\omega$  ——按照GB 5009.3测定的直链淀粉的水分含量；

$V$  ——滴定耗用的碘酸钾溶液 (A.3.1.2) 的体积，单位为毫升 (mL)；

0.7610——每毫升碘酸钾溶液 (A.3.1.2) 相当于碘的质量0.7610 mg。

## A.4 碘-淀粉复合物的分光光度计测定

称0.1000 g马铃薯直链淀粉加入到100 mL烧杯中，加1 mL95%乙醇 (5.1.2) 浸润样品。然后加9 mL1.0 mol/L氢氧化钠溶液 (5.2.1)，样品用水浴锅 (6.8) 在85 °C水浴加热，直到它完全分散。冷却并且用水稀释定容到100 mL容量瓶 (6.7)，剧烈振摇混匀。

移取2.0 mL马铃薯直链淀粉到100 mL容量瓶，加入3.0 mL0.09 mol/L氢氧化钠溶液 (5.2.2)、50.0 mL水、1.0 mL冰乙酸溶液 (5.2.4) 和1.0 mL碘溶液 (5.2.5)，用水稀释到100 mL，静置10 min，用分光光度计测量在波长范围500 nm-800 nm范围吸光度。

溶液最大吸光度应该在640 nm±10 nm之间。

## A.5 淀粉含量的测定

依据 GB 5009.9 执行。

附录B  
 (资料性附录)  
 流动注射分析仪 (FIA) 测定直链淀粉

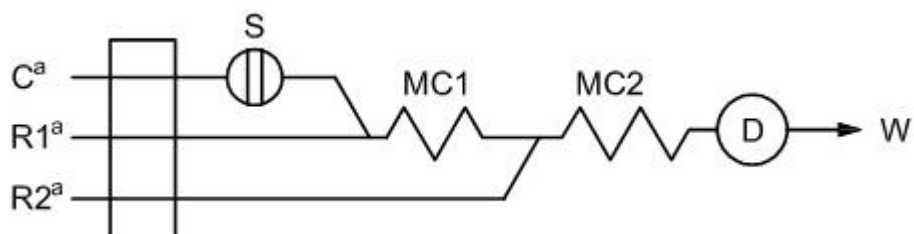


图 B 1 流动注射分析仪

- C<sup>a</sup> 载流液 (5.2.2)  
 D 720 nm 检测器和 1 cm 光程的流动池 (体积 18 μL)  
 MC1 混合池, 长60 cm, 内径0.7 mm  
 MC2 混合池, 长60 cm, 内径0.7 mm  
 R1<sup>a</sup> 冰乙酸溶液 (5.2.4)  
 R2<sup>a</sup> 碘液 (5.2.5)  
 S 样品注射器, 样品进样300 μL  
 W 废液  
 A 泵的作用下溶液的线形流动速率: C=1.8 mL/min; R1=0.7 mL/min和R2=0.9 mL/min

附录C  
(资料性附录)

实验室间比对测试结果

对文本中方法一的方法归纳为技术路线1、2、3、4、7、8和方法二的方法归纳为技术路线9、10共8条技术路线,具体内容见下表C.1,对8个样品按照8条技术路线进行了5个实验室间的联合试验,按照GB/T 6379.2进行了数据统计学评价,得到的精密度结果表C.2-C.9.

表 C.1 方法一、方法二验证试验技术路线

技术路线	脱脂方式	水分平衡方式	分散方式	检测波长
1	甲醇回流	自然平衡	热分散	720nm
2	甲醇回流	自然平衡	磁力搅拌冷分散	720nm
3	甲醇回流	烘箱平衡	热分散	720nm
4	甲醇回流	烘箱平衡	磁力搅拌冷分散	720nm
7	超声脱脂	烘箱平衡	热分散	720nm
8	超声脱脂	烘箱平衡	磁力搅拌冷分散	720nm
9	/	/	热分散	720nm
10	/	/	磁力搅拌冷分散	720nm

表 C.2 技术路线 1 的验证结果

项目	样品							
	23001	23002	23003	23005	23009	23022	23028	23036
参加实验室数量	5	5	5	5	5	5	5	5
结果数量	22	27	30	30	23	27	28	30
接受的实验室数量	5	5	5	5	5	5	5	5
接受的结果数量	30	27	30	30	23	25	30	29
平均值 m/m, %	11.03	19.99	25.64	25.57	14.91	25.61	18.93	18.50
重复性标准偏差 (Sr)	0.40	0.34	0.77	0.55	0.18	0.35	0.55	0.30
重复性变异系数 (CV), %	3.60	1.72	3.00	2.15	1.18	1.38	2.89	1.64
重复性限值 (r)	1.11	0.96	2.15	1.54	0.49	0.99	1.53	0.85
再现性标准偏差 (SR)	0.89	2.03	1.51	2.25	0.44	0.76	1.29	1.70
再现性变异系数 (CV), %	8.05	10.16	5.90	8.81	2.97	2.98	6.81	9.20
再现性限值 (R)	2.49	5.69	4.23	6.31	1.24	2.13	3.61	4.77

表 C.3 技术路线 2 的验证结果

项目	样品							
	23001	23002	23003	23005	23009	23022	23028	23036
参加实验室数量	5	5	5	5	5	5	5	5
结果数量	22	27	30	30	23	27	28	30
接受的实验室数量	4	4	4	4	4	3	4	5
接受的结果数量	23	24	24	24	24	18	22	27
平均值 m/m, %	12.50	21.61	26.50	26.56	15.50	26.84	20.37	21.25
重复性标准偏差 (Sr)	0.17	0.60	0.64	0.64	0.42	0.67	0.21	0.53
重复性变异系数 (CV), %	1.33	2.79	2.40	2.42	2.68	2.51	1.01	2.49
重复性限值 (r)	0.47	1.69	1.78	1.80	1.16	1.89	0.58	1.48
再现性标准偏差 (SR)	0.64	1.07	1.27	1.37	1.18	1.09	1.25	2.50
再现性变异系数 (CV), %	5.11	4.94	4.79	5.16	7.61	4.06	6.15	11.75
再现性限值 (R)	1.79	2.99	3.56	3.84	3.30	3.05	3.51	6.99

表 C.4 技术路线 3 的验证结果

项目	样品							
	23001	23002	23003	23005	23009	23022	23028	23036
参加实验室数量	5	5	5	5	5	5	5	5
结果数量	22	27	30	30	23	27	28	30
接受的实验室数量	5	4	5	5	5	5	5	5
接受的结果数量	29	24	26	29	30	28	27	30
平均值 m/m, %	11.97	21.16	27.65	26.95	15.91	26.93	20.20	19.23
重复性标准偏差 (Sr)	0.25	0.35	0.20	0.37	0.47	0.26	0.28	0.30
重复性变异系数 (CV), %	2.05	1.63	0.71	1.37	2.92	0.95	1.39	1.55
重复性限值 (r)	0.69	0.97	0.55	1.04	1.30	0.71	0.79	0.83
再现性标准偏差 (SR)	1.02	0.40	0.75	1.43	0.96	1.26	0.77	2.11
再现性变异系数 (CV), %	8.48	1.89	2.72	5.32	6.05	4.69	3.80	10.95
再现性限值 (R)	2.84	1.12	2.10	4.01	2.70	3.54	2.15	5.90

表 C.5 技术路线 4 的验证结果

项目	样品							
	23001	23002	23003	23005	23009	23022	23028	23036
参加实验室数量	5	5	5	5	5	5	5	5
结果数量	22	27	30	30	23	27	28	30
接受的实验室数量	4	3	3	5	4	4	5	4
接受的结果数量	24	17	16	28	24	22	30	23
平均值 m/m, %	12.24	21.62	26.11	25.42	15.08	25.77	19.18	16.90
重复性标准偏差 (Sr)	0.43	0.23	0.29	0.43	0.54	0.28	0.29	0.42
重复性变异系数 (CV), %	3.47	1.04	1.12	1.68	3.57	1.08	1.51	2.48
重复性限值 (r)	1.19	0.63	0.82	1.19	1.51	0.78	0.81	1.17
再现性标准偏差 (SR)	1.51	0.51	1.56	2.37	1.18	0.84	1.27	0.40
再现性变异系数 (CV), %	12.34	2.37	5.96	9.34	7.85	3.28	6.60	2.36
再现性限值 (R)	4.23	1.44	4.36	6.65	3.31	2.37	3.55	1.12

表 C.6 技术路线 7 的验证结果

项目	样品							
	23001	23002	23003	23005	23009	23022	23028	23036
参加实验室数量	5	5	5	5	5	5	5	5
结果数量	22	27	30	30	23	27	28	30
接受的实验室数量	5	5	5	5	5	5	5	5
接受的结果数量	30	30	30	27	29	28	30	30
平均值 m/m, %	11.36	20.47	26.01	25.72	14.38	24.94	18.99	18.54
重复性标准偏差 (Sr)	0.40	0.50	0.60	0.16	0.24	0.31	0.41	0.48
重复性变异系数 (CV), %	3.55	2.42	2.29	0.61	1.66	1.26	2.17	2.59
重复性限值 (r)	1.13	1.39	1.67	0.44	0.67	0.88	1.15	1.34
再现性标准偏差 (SR)	1.13	1.06	1.28	1.23	0.79	1.89	1.43	1.80
再现性变异系数 (CV), %	9.94	5.19	4.90	4.78	5.47	7.58	7.52	9.74
再现性限值 (R)	3.16	2.97	3.57	3.45	2.20	5.29	4.00	5.05



表 C.7 技术路线 8 的验证结果

项目	样品							
	23001	23002	23003	23005	23009	23022	23028	23036
参加实验室数量	5	5	5	5	5	5	5	5
结果数量	22	27	30	30	23	27	28	30
接受的实验室数量	3	4	5	5	5	5	5	5
接受的结果数量	18	21	30	30	30	27	29	27
平均值 m/m, %	11.81	22.90	26.14	26.13	14.17	23.63	18.95	19.13
重复性标准偏差 (Sr)	0.34	0.18	0.54	0.56	0.33	0.30	0.57	0.47
重复性变异系数 (CV), %	2.87	0.80	2.05	2.13	2.34	1.28	3.02	2.44
重复性限值 (r)	0.95	0.52	1.50	1.56	0.93	0.84	1.60	1.31
再现性标准偏差 (SR)	1.09	2.29	1.36	1.43	1.47	0.92	1.39	1.59
再现性变异系数 (CV), %	9.20	10.01	5.19	5.46	10.35	3.88	7.32	8.30
再现性限值 (R)	3.04	6.42	3.80	3.99	4.11	2.56	3.89	4.44

表 C.8 技术路线 9 的验证结果

项目	样品							
	23001	23002	23003	23005	23009	23022	23028	23036
参加实验室数量	5	5	5	5	5	5	5	5
结果数量	22	27	30	30	23	27	28	30
接受的实验室数量	3	4	3	4	4	4	4	4
接受的结果数量	17	21	15	21	21	21	18	19
平均值 m/m, %	12.80	22.02	30.08	24.23	15.49	26.54	20.38	22.89
重复性标准偏差 (Sr)	0.08	0.33	0.33	0.39	0.43	0.44	0.19	0.59
重复性变异系数 (CV), %	0.62	1.50	1.11	1.62	2.77	1.65	0.93	2.58
重复性限值 (r)	0.22	0.92	0.93	1.10	1.20	1.23	0.53	1.66
再现性标准偏差 (SR)	0.19	1.02	0.33	3.23	0.51	2.36	0.62	3.05
再现性变异系数 (CV), %	1.49	4.63	1.09	13.34	3.30	8.87	3.05	13.31
再现性限值 (R)	0.53	2.86	0.92	9.05	1.43	6.59	1.74	8.53

表 C.9 技术路线 10 的验证结果

项目	样品							
	23001	23002	23003	23005	23009	23022	23028	23036
参加实验室数量	5	5	5	5	5	5	5	5
结果数量	22	27	30	30	23	27	28	30
接受的实验室数量	4	4	4	4	4	4	4	4
接受的结果数量	17	19	18	21	21	19	20	19
平均值 m/m, %	11.74	20.44	24.91	22.54	14.63	23.34	19.34	18.02
重复性标准偏差 (Sr)	0.05	0.18	0.25	0.48	0.27	0.33	0.36	0.40
重复性变异系数 (CV), %	0.42	0.88	0.99	2.12	1.87	1.41	1.86	2.23
重复性限值 (r)	0.14	0.50	0.69	1.34	0.77	0.92	1.01	1.12
再现性标准偏差 (SR)	1.15	1.35	1.92	2.15	1.24	2.02	0.92	0.66
再现性变异系数 (CV), %	9.78	6.62	7.72	9.52	8.47	8.66	4.76	3.66
再现性限值 (R)	3.22	3.79	5.38	6.01	3.47	5.66	2.58	1.85

中华人民共和国国家标准

《粮油检验 大米直链淀粉含量的测定》

（征求意见稿）

编制说明

标准起草组

2024年2月5日

# 《粮油检验 大米直链淀粉含量的测定》编制说明

## 1. 工作简况

### 1.1 任务来源

#### 1.1.1 标准下达计划

根据国家标准化委员会下达的项目（编号为 20153546-T-449）对现行《大米 直链淀粉含量的测定》国家标准进行修订，由湖北省粮油食品质量监督检测中心牵头承担标准的起草工作，国家粮食和物资储备局标准质量中心对标准起草工作进行全面技术指导，南京财经大学、国家粮食和物资储备局科学研究院、河南工业大学、吉林省产品质量监督检验院和深圳市计量质量检测研究院等单位共同参与。

#### 1.1.2 标准计划项目调整

2015 年立项拟修订的 GB/T 15683-2008《大米 直链淀粉含量的测定》，是等同采用 ISO 6647-1: 2007。当时，ISO 6647-1: 2007 标准已修订为 ISO 6647-2: 2015，为了与国际标准一致，立项修订 GB/T 15683-2008 标准。

在标准修订期间，ISO 6647-1: 2015 和 ISO 6647-2: 2015 又进行了修订，先后出版了 2017 版、2019 版（征求意见稿）和 2020 版。为了标准的稳定性，特申请延长 GB/T 15683-2008《大米 直链淀粉含量的测定》的修订时间。

#### 1.1.3 标准制修订的背景、必要性和重要意义

大米中的直链淀粉含量，是反映衡量稻米品质的一个重要指标，它直接影响大米蒸煮和食味品质。直链淀粉含量对粮食的合理加工、淀粉的合理利用、农业选种、育种均具有重要意义。2015 年，我中心立项拟修订 GB/T 15683-2008《大米 直链淀粉含量的测定》，因标准修订期间，ISO 6647-1/2:2017 和 ISO 6647-1/2:2019（征求意见稿）版本反复修改，ISO 6647-1/2:2020 版正式发布实施，针对以上的变化，标准修订工作在 2020 年后又再次启动，验证工作均有序开展。目前，在 ISO 6647-1/2:2020 的国际标准基础上完成了现行国家标准的修订工作。

## 1.2 协作单位

国家粮食和物资储备局标准质量中心、南京财经大学、国家粮食和物资储备

以上内容仅为本文档的试下载部分，为可阅读页数的一半内容。如要下载或阅读全文，请访问：<https://d.book118.com/22714414400006121>