

中华人民共和国国家标准

GB/T 22427.11—2008/ISO 3946:1982
代替 GB/T 12092—1989

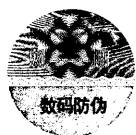
淀粉及其衍生物磷总含量测定

Starches and derived products—Determination of total phosphorus content

(ISO 3946:1982, Starches and derived products—Determination of total phosphorus content—Spectrophotometric method, IDT)

2008-10-19 发布

2009-03-01 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

前 言

本标准等同采用 ISO 3946:1982《淀粉及其衍生物磷总含量测定 分光光度法》(英文版),其内容和结构与 ISO 3946:1982 一致,仅做了编辑性修改。

本标准代替 GB/T 12092—1989《淀粉及其衍生物磷总含量测定方法》。

本标准和 GB/T 12092—1989 相比主要修改如下:

——标准名称改为《淀粉及其衍生物磷总含量测定》;

——完善了标准格式,按国际单位制规范了单位;

——增加了“8 实验报告”。

本标准由中国商业联合会提出并归口。

本标准起草单位:中国商业联合会商业标准中心、江南大学食品学院、中国淀粉工业协会变性淀粉专业委员会、天津顶峰淀粉开发有限公司。

本标准主要起草人:顾正彪、洪雁、程力、陈洪兴、刘志敏、赖宜涵、靳晓蕾。

淀粉及其衍生物磷总含量测定

1 范围

本标准规定了分光光度法测定淀粉及其衍生物中磷总含量的方法。

本标准适用于磷总含量不超过5%(质量分数)的淀粉及其衍生物样品。

2 术语和定义

下列术语和定义适用于本标准。

2.1

磷总含量 total phosphorus content

根据本标准规定的方法所测得的磷含量。

3 原理

使用硫酸-硝酸混合物消化破坏有机物质,并将磷酸盐转化为正磷酸盐,通过还原剂作用,形成称作钼蓝的磷钼酸盐,用分光光度法测定蓝色在825 nm波长的吸光值。

4 试剂

应使用分析纯试剂和蒸馏水或相当纯度的水。

4.1 硫酸-硝酸混合溶液:一份体积的硫酸[$c=96\%$ (质量分数), $\rho_{20}=1.84\text{ g/mL}$]与一份体积的硝酸(4.2)混合。

4.2 硝酸: $c=65\%$ (质量分数), $\rho_{20}=1.38\text{ g/mL}$ 。

4.3 抗坏血酸溶液: $c=50\text{ g/L}$,此溶液保存于冰箱中至多不超过48 h。

4.4 钼酸铵溶液:将10.6 g钼酸铵四水化合物 $[(\text{NH}_4)_6\text{Mo}_7\text{O}_{24}\cdot 4\text{H}_2\text{O}]$ 溶于500 mL水中,移入1 000 mL烧瓶中,再加入500 mL的10 mol/L硫酸溶液使之混合并冷却至室温。

4.5 氢氧化钠溶液: $c=10\text{ mol/L}$ 。

4.6 磷标准溶液

4.6.1 标准储备液:称取无水磷酸二氢钾0.439 3 g(精确至0.5 mg),溶于水中,再定量地移入1 000 mL容量瓶中,用水定容至刻度,混合均匀,1 mL标准储备液中含有100 μg 的磷。

注:磷酸二氢钾使用前须在电热恒温干燥箱内干燥1 h(干燥箱温度控制在 $105\text{ }^\circ\text{C}\pm 2\text{ }^\circ\text{C}$),放入干燥器中冷却至室温。

4.6.2 标准使用液:用移液管吸取10 mL标准储备液(4.6.1)注入250 mL的容量瓶内,用水定容至刻度并摇匀。1 mL标准使用液中含有4 μg 的磷。

5 仪器

5.1 容量瓶:50 mL、100 mL、200 mL、250 mL和500 mL。

5.2 锥形瓶:50 mL。

5.3 消化瓶:100 mL。

5.4 移液管:1 mL、2 mL、5 mL、10 mL、15 mL和25 mL。

5.5 冷水浴:温度可控制在 $15\text{ }^\circ\text{C}\sim 25\text{ }^\circ\text{C}$ 之间。

5.6 沸水浴。

5.7 加热器。

5.8 干燥器:内有有效充足的干燥剂和一个厚的多孔板。

5.9 分光光度计:波长可调至 825 nm,并备有适当的比色皿,厚度为 1.0 cm。

5.10 分析天平:感量 0.000 1 g。

注:确保清洗玻璃器皿的清洁剂不含磷。

6 操作方法

标准曲线的绘制和磷总含量测定在 2 h 内完成。

6.1 标准曲线的绘制

取 7 个 50 mL 的锥形瓶(5.2),用移液管(5.4)分别吸取 0.0 mL、1.0 mL、2.0 mL、3.0 mL、4.0 mL、5.0 mL 和 10.0 mL 的磷标准使用液(4.6.2)于 7 个锥形瓶内,它们分别对应于 0 μg、4 μg、8 μg、12 μg、16 μg、20 μg 和 40 μg 磷。

分别向 7 个锥形瓶加入水,使瓶内溶液体积达到 30 mL,并混合均匀。用移液管依次加入 4 mL 钼酸铵溶液(4.4)、2 mL 抗坏血酸溶液(4.3),加完后立即混合均匀。

将 7 个锥形瓶置于沸水浴(5.6)中 10 min,立刻转至冷水浴(5.5)中,冷却至室温。定量地将烧瓶内溶液转移至 50 mL 容量瓶(5.1)中,加水至刻度,混合均匀。

以未加标准使用液的锥形瓶中的溶液为空白,用分光光度计(5.9)在波长 825 nm 下测定吸光值,并以磷的微克数对吸光值绘制标准曲线。

6.2 样品预处理

将样品混合均匀。

6.3 称样

称取 0.5 g 样品(6.2),精确至 0.000 2 g,此质量样品所测得的吸光值应在 0.1~0.7 范围之内,若不符合,则按表 1 调整样品质量。

表 1

磷总含量估计值(质量分数)/%	样品量(6.3)/g	稀释体积(6.5)/mL	等分体积(6.6)/mL
<0.05	0.500	100	25
0.05~0.10	0.500	100	10
0.10~0.25	0.500	100	2
0.25~0.50	0.500	200	2
0.50~1.00	0.250	250	2
1.00~2.00	0.125	250	2
2.00~5.00	0.125	500	2

6.4 消化

将样品(6.3)倒入消化瓶(5.3)中,加入 15 mL 的硫酸-硝酸混合溶液(4.1)和适量玻璃珠(以防暴沸),并使之混合均匀,将烧瓶置于加热器(5.7)上,缓慢加热至瓶内液体微沸,继续煮沸直至棕色气体变成白色、液体变成透明为止。

若溶液出现深暗色不褪去,在继续蒸煮的同时,逐滴加入硝酸溶液(4.2)使之消失。待冷却后,加入 10 mL 水并加热至瓶内再次出现白色蒸气为止,以除去过量的硝酸溶液。

6.5 样品液预处理

将瓶内溶液(6.4)冷却,并加入 45 mL 水,用氢氧化钠溶液(4.5)将瓶内溶液 pH 值调至 7。再将瓶内溶液定量地移至容积适当的容量瓶(5.1)内,加水至刻度,并充分摇匀。

6.6 测定

取一等分样品液(见表1),将其注入50 mL的锥形瓶。用移液管依次加入4 mL 钼酸铵溶液(4.4)、2 mL 抗坏血酸溶液(4.3),加完后立刻混匀。

将锥形瓶置于沸水浴(5.6)中10 min,再放入冷水浴(5.5)中,使之冷却至室温,定量地移入50 mL的容量瓶(5.1)内,加水至刻度,摇匀。

用分光光度计(5.9)在825 nm波长时测定该溶液吸光值。

从标准曲线(6.1)上读取相应磷含量的微克数。

6.7 空白测定

用水代替样品进行空白测定。

6.8 测定次数

应进行平行实验。

7 结果计算

7.1 计算方法

淀粉及其衍生物的磷总含量以样品磷总质量占样品质量的百分比表示,计算公式见式(1)。

$$X = \frac{m_1 \times V_0 \times 100}{m_0 \times V_1 \times 10^6} \dots\dots\dots(1)$$

式中:

X ——样品磷总含量,%;

m_1 ——从标准曲线上确定的样品液的磷质量,单位为微克(μg);

V_0 ——样品液(6.4)的定量体积,单位为毫升(mL);

m_0 ——试验样品的质量,单位为克(g);

V_1 ——用于测定的样品液的等分体积,单位为毫升(mL)。

取平行实验的算术平均值为结果。得到其结果之差应符合7.2对重复性的要求。

7.2 重复性

当磷总含量大于0.2%时,平行实验结果的绝对差值应不超过算术平均值的2%;当磷总含量小于0.2%时,绝对差值不能超过质量分数0.004%。

8 实验报告

实验报告应列出:

——实验方法;

——实验得到的结果;

——进行重复性实验而得到的两种实验结果。

还应列出所有未列出的操作环节以及任何偶然可能影响实验结果的环节。

实验报告应包括完全测试试样必需的所有信息。

中 华 人 民 共 和 国
国 家 标 准
淀 粉 及 其 衍 生 物 磷 总 含 量 测 定
GB/T 22427.11—2008/ISO 3946:1982

*

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

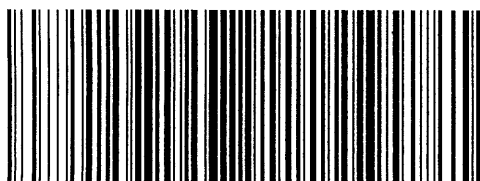
*

开 本 880×1230 1/16 印 张 0.5 字 数 7 千 字
2009 年 1 月 第 一 版 2009 年 1 月 第 一 次 印 刷

*

书 号 : 155066 · 1-35204 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 22427.11-2008