

中华人民共和国国家标准

GB/T 22428.1—2008/ISO 5377:1981
代替 GB/T 12099—1989

淀粉水解产品 还原力和葡萄糖当量测定

**Starch hydrolysis products—Determination of
reducing power and dextrose equivalent**

(ISO 5377:1981, Starch hydrolysis products—Determination of reducing power
and dextrose equivalent—Lane and Eynon constant titre 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

中 华 人 民 共 和 国
国 家 标 准
淀粉水解产品 还原力和葡萄糖当量测定
GB/T 22428.1—2008/ISO 5377:1981

*

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 15 千字
2009年1月第一版 2009年1月第一次印刷

*

书号:155066·1-35210 定价 14.00 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

前 言

本标准等同采用 ISO 5377:1981《淀粉水解产品 还原力和葡萄糖当量测定 莱恩-艾农滴定法》(英文版),因该版本较老,为适应当前需要,结构略作调整,内容保持一致,仅做了编辑性修改。

本标准代替 GB/T 12099—1989《淀粉水解产品还原力和葡萄糖当量测定方法》。

本标准 and GB/T 12099—1989 相比主要修改如下:

- 标准名称改为《淀粉水解产品 还原力和葡萄糖当量测定》;
- 完善了标准格式,按国际单位制规范了单位;
- 增加了“10 实验报告”;
- 增加了附录 A;
- 增加了参考文献。

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、苏州高峰精细化工有限公司、罗盖特(中国)精细化工有限公司。

本标准主要起草人:顾正彪、洪雁、程力、陈洪兴、杨钟超、庞艳生、李燕、靳晓蕾。

淀粉水解产品 还原力和葡萄糖当量测定

1 范围

本标准规定了莱恩-艾农(Lane and Eynon)滴定法测定淀粉水解产品的还原力和葡萄糖当量的方法。

本标准适用于淀粉水解产品。

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。

GB/T 22427.8 淀粉及其衍生物硫酸化灰分测定(GB/T 22427.8—2008,ISO 5809:1982,IDT)

GB/T 22428.3 葡萄糖干燥失重测定(GB/T 22428.3—2008,ISO 1741:1980,IDT)

GB/T 22428.4 葡萄糖浆干物质测定(GB/T 22428.4—2008,ISO 1742:1980,IDT)

ISO 1743 葡萄糖浆干物质测定 折射率法

3 术语和定义

下列术语和定义适用于本标准。

3.1

还原力 reducing power; RP

还原糖的含量。以 100 g 样品中无水 D-葡萄糖的克数来表示。

3.2

葡萄糖当量 dextrose equivalent; DE

淀粉水解产品的还原能力。以 100 g 样品干基中无水 D-葡萄糖的克数来表示。

4 原理

以亚甲基蓝作指示剂,用已知体积的费林试剂滴定葡萄糖溶液。

5 试剂

应使用分析纯试剂和蒸馏水或相当纯度的水。

5.1 费林试剂

5.1.1 储液 A:将五水硫酸铜($\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$)69.3 g 加水溶解并定容至 1 000.0 mL。

5.1.2 储液 B:四水合酒石酸钾钠($\text{KNaC}_4\text{H}_4\text{O}_6 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$)346.0 g 和氢氧化钠(NaOH)100.0 g,加水定容至 1 000.0 mL。若有沉淀,使用前过滤。

5.1.3 混合费林溶液:将 100 mL 储液 A(5.1.1)和 100 mL 储液 B(5.1.2)倒入干燥试剂瓶中,并混合均匀。

注:此溶液现配现用。

5.2 无水 D-葡萄糖

无水 D-葡萄糖应符合下列要求:

a) 溶液浓度为 400 g/L,这样可避免出现混浊和沉淀并保持溶液透明无色,可通过纳氏管(6.5)

来检验。

- b) 按 GB/T 22427.8 规定的方法测定时,硫酸化灰分含量质量分数应不超过 0.01%。

修改后的 GB/T 22427.8 如下:

- 1) 试样质量:部分应增重到 20 g。
- 2) 只能用铂坩埚来测定灰分。
- 3) 在测定灰分之前,称重铂坩埚,精确到 0.1 g。

- c) 麦芽糖和(或)异麦芽糖含量的质量分数应不超过 0.1%,并检测不出较大分子质量的糖。

5.3 D-葡萄糖标准溶液

5.3.1 按 GB/T 22428.3 规定的方法(参见附录 A),测定无水 D-葡萄糖(5.2)中干物质的含量。

5.3.2 称取 0.600 g 无水 D-葡萄糖(5.2),精确至 0.000 1 g。溶解于水中,再将溶液定量移入 100 mL 的容量瓶(6.4)内,用水定容至刻度,并摇匀。现配现用。

5.4 亚甲基蓝指示剂

$c=1$ g/L 水溶液。

6 仪器

6.1 细口烧瓶:250 mL。

6.2 酸式滴定管:25 mL,最小刻度是 0.05 mL。

6.3 移液管:1 mL 和 25 mL。

6.4 容量瓶:100 mL、500 mL 和 1 000 mL。

6.5 纳氏管:50 mL。

6.6 加热装置:根据 7.1.4 要求能使溶液保持沸腾状态,并无须将烧瓶从加热器上移去而观察溶液的颜色变化。

6.7 秒表。

7 操作过程

在操作中应添加防沸物避免溶液暴沸。在测定时应防止滴定管靠近加热装置。

7.1 混合费林溶液(5.1.3)的标定

7.1.1 用移液管(6.3)移取 25 mL 的混合费林溶液(5.1.3),将其注入干燥洁净的细口烧瓶(6.1)中。

7.1.2 将 D-葡萄糖标准溶液(5.3)注入滴定管(6.2)至刻度。

7.1.3 将滴定管中的 18 mL D-葡萄糖标准溶液(5.3)注入烧瓶,摇动烧瓶,混合溶液。

7.1.4 把烧瓶放在事先调节好的加热装置上,使溶液在 $120\text{ s}\pm 15\text{ s}$ 内开始沸腾。沸腾开始后不要去调节加热装置,使沸腾开始产生的蒸汽始终充满烧瓶,并持续在整个滴定过程中,这样以防止空气进入烧瓶而氧化瓶中溶液。

7.1.5 使瓶中溶液沸腾并持续 120 s,以秒表定时,快速加入 1 mL 亚甲基蓝指示剂溶液(5.4)。之后迅速将滴定管中 D-葡萄糖标准溶液(5.3)滴入烧瓶,滴量为每次 0.5 mL,直至指示剂蓝色消失,读取 D-葡萄糖标准溶液的毫升数。整个过程溶液始终保持沸腾。

注:从滴定烧瓶溶液上表面观察亚甲基蓝的蓝色消失是最好的方法,它可避免红色氧化铜(I)的干扰。在烧瓶背后放置白色屏障将更有利于观察。

7.1.6 重复 7.1.1 和 7.1.2。

7.1.7 从滴定管中将 0.3 mL 的 D-葡萄糖标准溶液(5.3)注入烧瓶中。

7.1.8 重复 7.1.4。

7.1.9 瓶中溶液沸腾并持续 120 s,以秒表定时,快速加入 1 mL 亚甲基蓝指示剂(5.4)。之后迅速将滴定管中 D-葡萄糖标准溶液(5.3)滴入烧瓶,滴量每次为 0.2 mL,直至指示剂蓝色消失,读取 D-葡萄

糖标准溶液的毫升数。整个过程溶液始终保持沸腾。

反应即将结束时,D-葡萄糖溶液的滴加间歇时间应在 10 s~15 s 之间,整个滴定过程应在 60 s 内完成,以使整个沸腾时间不超过 180 s。

第三次滴定时,为达到时间上的要求,可适当调整 D-葡萄糖标准溶液的初加量。

7.1.10 观察 D-葡萄糖标准溶液的毫升数。

7.1.11 D-葡萄糖标准溶液的毫升数基本上在 19 mL~21 mL 之间。若超出此范围,可适当调整费林储液 A(5.1.1)的浓度并重复整个标定过程。

7.1.12 重复 7.1.6~7.1.10,计算两次滴定平均消耗的体积 V_1 ,单位为毫升(mL)。

7.1.13 对于经常标定的混合费林溶液,体积 V_1 是一个准确值,所以仅需作一次滴定即可。

D-葡萄糖标准溶液的初加量可为 $V_1=0.5$ mL。

注:由于涉及到人的因素,所以每个测定者有自己的 V_1 ,在计算时也应使用自己的 V_1 值。

7.2 测定

7.2.1 样品预处理

样品应混合均匀后装入一个密封容器内。样品为粉状或晶体时,应粉碎后混合装入;样品是非晶体的固体时,应将其放入一个密闭容器内,浸在 60 °C~70 °C 水浴锅内熔化,随后冷却至室温,带盖摇动几次,以使容器内所有的冷凝水与样品充分混合;样品是液体时,就在容器内搅动,若表面有凝结,除去表皮。

7.2.2 若不知样品中还原糖含量,则可通过修正后的 7.1.1~7.1.5 测出它的大约值。

a) 加 10 mL 样品液代替 7.1.3 的 D-葡萄糖标准溶液。

b) 在 7.1.4 后:

1) 溶液迅速沸腾,加入 1 mL 亚甲基蓝指示剂(5.4),每次滴量为 1.0 mL,间歇时间为 10 s,直至指示剂蓝色消失。如果样品液在未加到 1 mL 增量之前,蓝色已消失,则降低样品液的浓度,并重新滴定。

2) 读取样品液的体积 V' ,单位为毫升(mL)。 V' 应不大于 50 mL。若超过,则增加样品液的浓度。

3) 样品的预测还原力(ARP)(3.1)可按式(1)计算:

$$\text{ARP} = \frac{F \times 100 \times 500}{V' \times m_0} = \frac{300 \times V_1}{V' \times m_0} \quad \dots\dots\dots(1)$$

式中:

ARP——样品的预测还原力,单位为克每百克(g/100 g);

$$F = \frac{0.6 \times V_1}{100} = 0.006 \times V_1;$$

V_1 ——消耗 D-葡萄糖标准溶液的体积,单位为毫升(mL);

V' ——样品液的体积,单位为毫升(mL);

m_0 ——500 mL 样品液中样品的质量,单位为克(g)。

样品的质量可按式(2)计算:

$$m_0 = \frac{300}{\text{ARP}} \quad \dots\dots\dots(2)$$

7.2.3 称样

称样,精确至 0.001 g,使样品中还原糖的含量在 2.85 g~3.15 g (以无水 D-葡萄糖计)之间。

7.2.4 样品液预处理

将样品(7.2.3)溶于水中,然后将溶液定量地转移至 500 mL 的容量瓶(6.4)中,加水至刻度并充分摇匀。

7.2.5 滴定

7.2.5.1 以样品液(7.2.4)代替 D-葡萄糖标准溶液(5.3),重复 7.1.1~7.1.9。

7.2.5.2 读取样品液消耗的体积 V_2 , 单位为毫升(mL)。

7.2.5.3 样品液消耗的体积基本上应在 19 mL~21 mL 之间。若超过, 则增加或降低样品液的浓度, 并重复 7.2.5.1 和 7.2.5.2。

7.2.5.4 应进行平行实验。

7.3 干物质含量测定

按下列方法测定样品中的干物质含量(DMC), %:

- a) 对已干燥的葡萄糖浆, 按 GB/T 22428.4 规定的真空干燥法。
- b) 对无水葡萄糖或一水葡萄糖, 按 GB/T 22428.3 规定的方法。
- c) 对葡萄糖浆, 按 ISO 1743 规定的折光率法。

8 结果计算

8.1 计算方法

8.1.1 还原力(3.1)可按式(3)计算:

$$RP = \frac{0.600 \times V_1}{100} \times \frac{500}{V_2} \times \frac{100}{m} = \frac{300 \times V_1}{V_2 \times m} \dots\dots\dots(3)$$

8.1.2 葡萄糖当量(3.2)可按式(4)计算:

$$DE = \frac{RP \times 100}{DMC} \dots\dots\dots(4)$$

式中:

V_1 ——混合费林试剂在标定时所消耗的 D-葡萄糖标准溶液的体积, 单位为毫升(mL);

V_2 ——在测定时所消耗的样品液的体积, 单位为毫升(mL);

m ——配制 500 mL 样品液时样品的质量, 单位为克(g);

DMC——样品的干物质含量, %。

取平行实验的算术平均值为结果。

9 精密度

9.1 重复性

平行实验结果的绝对差值应不超过算术平均值的 0.75%。

9.2 再现性

在不同的实验室由不同实验者采用不同仪器、相同材料、相同方法进行的两个独立实验得到的结果的绝对差值不能超过算术平均值的 1.5%。

10 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。

附 录 A
(资料性附录)
无水 D-葡萄糖测定方法

A.1 原理

使用纸层析法从已知分子质量的无水 D-葡萄糖样品中分离更大分子量的麦芽糖和其他糖类。通过浸入含有加热的显色试剂的展开色谱形成的有颜色的斑点来判别被分离的糖。

通过与葡萄糖和标准麦芽糖形成的斑点亮度,保证麦芽糖(无水)含量的质量分数不超过 0.1%,用肉眼判别不同于 D-葡萄糖和麦芽糖的蔗糖形成的斑点。

注:麦芽糖和异麦芽糖不用特别的方法区分。

A.2 试剂

应使用分析纯试剂和蒸馏水或相当纯度的水。

A.2.1 三色谱用纸

纯棉纤维:185 g/m²。

α -纤维干重的质量分数超过 97%,在溶剂传播方向分化的尺度不小于 140 mm(宽)×420 mm(长)。

注:使用沃特满 3 号色谱用纸。

A.2.2 显色剂

丙醇二酸 7 个体积比

乙酸乙酯 1 个体积比

水 2 个体积比

A.2.3 染色溶剂

二苯胺 1 g

苯胺 1 mL

丙酮 100 mL

亚磷酸(H₃PO₄)(质量分数为 88%) 6 mL

将二苯胺、苯胺溶解在丙酮中,加入亚磷酸混合。

应在使用当天配制新鲜溶液。

A.2.4 水合麦芽糖

10 μ L 溶液中无水麦芽糖浓度为 20 g/L,显示的斑点应在 A.4.4、A.4.5、A.4.6 中。

除麦芽糖之外的糖类质量不超过质量分数 1.0%(无水麦芽糖)。

A.2.5 麦芽糖标准溶液(c=5 g 无水麦芽糖/L)

称重,精确到 1 mg,0.526 g 的水合麦芽糖,相当于 0.500 g 的无水麦芽糖,溶解在水中。转移至 100 mL 容量瓶,稀释至刻度。

1 mL 标准溶液含 0.5 mg 的无水麦芽糖。

A.2.6 麦芽糖标准溶液(c=0.5 g 无水麦芽糖/L)

用移液管移取 10 mL 标准麦芽糖溶液至 100 mL 容量瓶稀释至刻度,混匀。

1 mL 此标准溶液含 0.5 mg 无水麦芽糖。

A.3 仪器

A.3.1 容量瓶:100 mL,参见 ISO 1042:1998 的 B 等级要求。

A.3.2 移液管:10 mL,参见 ISO 648:1977 的 B 等级要求。

A.3.3 移液枪:10 μL 。

A.3.4 国产吹风机或者合适的不超过 40 $^{\circ}\text{C}$ 的热风源。

A.3.5 色谱槽。

A.3.6 将色谱纸浸在盛有染色剂(A.2.3)的槽中。

A.3.7 热风循环箱:适合加热色谱纸(A.4.6.3)的规格,温度可以控制在 80 $^{\circ}\text{C} \pm 1^{\circ}\text{C}$ 。

A.4 步骤

A.4.1 实验样品应充分混合。

A.4.2 使用当天配制的新鲜溶液作为实验溶液,包括 250 g/L 实验样品。

A.4.3 色谱纸的预备

A.4.3.1 用石墨铅笔在平行 140 mm 的色谱纸边缘画一条 80 mm 的坐标线。

注:80 mm 的长度要根据使用色谱槽而变化。

A.4.3.2 在这条线上用铅笔画 5 个坐标原点,A、B、C、D、E。每个相距 20 mm,从 30 mm 开始画到 420 mm 边缘。

A.4.4 试验和麦芽糖标准溶液的使用

A.4.4.1 在每个坐标原点 B 和 D 用移液枪(A.3.3)移取两个 10 μL 实验溶液(A.4.2)的增量(包括 5 000 μg 无水 D-葡萄糖),移取后立即用热风机(见 A.3.4)吹干这些点。

A.4.4.2 在每个坐标点 A、C 和 E 用移液枪(A.3.3)移取 10 μL (包括 5 μg 无水麦芽糖),移取后立即吹干。

A.4.5 色谱展开

A.4.5.1 把上面的纸(A.4.4)放在装有展开液的色谱槽中。

注:色谱槽要避光。不通风或者密闭空间。保持在一个恒定的温度。

A.4.5.2 让色谱展开 8 h,在 20 $^{\circ}\text{C}$ 时这个时间适用,但是如果温度升高,时间就要减少,保证中间 D-葡萄糖的点(A.4.6)从原点跑出至少 50 mm 但不被冲洗掉。

A.4.5.3 将纸从色谱槽中拿出,吹干。

注:纸要在合适的干燥炉中,温度不超过 40 $^{\circ}\text{C}$ 。

A.4.6 检查糖点

A.4.6.1 将干燥的色谱纸(A.4.5.3)以均匀的速度通过有染色溶液(A.2.3)的槽(A.3.6)。

A.4.6.2 将色谱排干水,在热风机(A.3.4)或适合的干燥炉中干燥。

A.4.6.3 将干燥的色谱(A.4.6.2)放在循环的热风循环箱中(A.3.7)。

A.4.6.4 过 5 min 后反复检查色谱。当色谱上的点已经染得很清楚但色谱没有上色时把它从干燥箱中拿出。

A.4.7 分析色谱图

A.4.7.1 从点 B 和 D(A.4.4.1)和点 A、C、E(A.4.4.2 标准麦芽糖)中,从视觉上评定有颜色的麦芽糖点。

A.4.7.2 分析除了 B、D 的 D-葡萄糖和麦芽糖的色谱上可见糖点。

A.5 结果分析

A.5.1 如果有麦芽糖点即 B、D 点(A.4.4.1)没有点 A、C、E(A.4.4.2),则无水 D-葡萄糖样品中麦芽糖(无水麦芽糖)的含量不超过 0.1%(质量分数)。

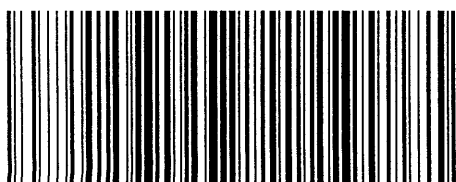
A.5.2 如果只有 D-葡萄糖和麦芽糖的 B、D 两点着色, 剩余的点都没有颜色, 那么无水 D-葡萄糖样品满足对麦芽糖和更大分子质量的糖的要求。

A.6 方法的灵敏度

可以使点着色的无水麦芽糖的质量小于 $2\ \mu\text{g}$ 。

参 考 文 献

- [1] ISO 1042:1998 Laboratory glasswar—One-mark volumetric flasks(实验室玻璃器皿 一
刻度容量瓶)
- [2] ISO 648:1977 Laboratory glassware—One-mark pipettes(实验室玻璃器皿 单列刻度移
液管)
-



GB/T 22428.1-2008

版权专有 侵权必究

*

书号:155066·1-35210

定价: 14.00 元