



中华人民共和国国家标准

GB/T 15683—2008/ISO 6647-1:2007
代替 GB/T 15683—1995

大米 直链淀粉含量的测定

Rice—Determination of amylose content

(ISO 6647-1:2007, Rice—Determination of amylose content—
Part 1: Reference method, IDT)

2008-11-04 发布

2009-01-20 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 6647-1:2007《大米 直链淀粉含量的测定》(英文版)。

为了便于使用,本标准对 ISO 6647-1:2007 做了如下编辑性修改:

- 删除了国际标准的前言;
- “本国际标准”一词改为“本标准”;
- 用小数点“.”代替了作为小数点的逗号“,”;
- 修改了重复性限和再现性限的计算公式。

本标准代替 GB/T 15683—1995《稻米直链淀粉含量的测定》。

本标准与 GB/T 15683—1995 相比主要变化如下:

- 分散方法:本标准采用沸水浴法,而 GB/T 15683—1995 采用 85 ℃水浴或者静置 15 h~24 h;
- 检测波长:本标准的检测波长是 720 nm,而 GB/T 15683—1995 的检测波长是 620 nm;
- GB/T 21305 代替 ISO 712。

本标准的附录 A、附录 B 和附录 C 为资料性附录。

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归口。

本标准起草单位:湖北省粮油食品质量监测站、南京财经大学、河南工业大学、河南省粮油饲料产品质量监督检验站、吉林省粮食局、浙江省粮油产品质量检验中心、四川省粮油中心监测站、江苏省粮食局粮油质量监测所、安徽省粮油产品质量监督检测站、贵州国家粮食质量监测中心、福建省粮油质量监测所、广西粮油质量监督检验站、广东国家粮食质量监测中心。

本标准主要起草人:熊宁、刘坚、袁建、周显青、刘勇、余敦年、尹成华、史玮、应美蓉、牟钧、莫晓嵩、周红梅、夏遇秋、郑少华、柳永英、王亚军、王艳、赵武善、倪勇。

本标准所代替标准的历次版本发布情况为:

- GB/T 15683—1995。

大米 直链淀粉含量的测定

1 范围

本标准规定了非熟化大米直链淀粉含量的测定方法——基准方法。

本标准适用于直链淀粉含量高于5%(质量分数)的大米。

本标准在延伸应用范围得到确认后,也可以用于糙米、玉米、小米和其他谷物的测定。

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 21305 谷物及谷物制品水分的测定 常规法(GB/T 21305—2007,ISO 712:1998,IDT)

ISO 7301 大米 规格

ISO 8466-1 水质 分析方法定标和评估以及性能特征评估—第1部分:线性定标函数的统计评价

ISO 15914 动物饲料原料 酶解法总淀粉含量测定

3 术语和定义

ISO 7301 中确立的以及下列术语和定义适用于本标准。

3.1

直链淀粉 amylose

淀粉中的多聚糖成分,其葡萄糖单元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,其葡萄糖单元主要以支链结构连接成的大分子。

4 原理

将大米粉碎至细粉以破坏淀粉的胚乳结构,使其易于完全分散及糊化,并对粉碎试样脱脂,脱脂后的试样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,然后使用分光光度计于720 nm处测定显色复合物的吸光度。

考虑到支链淀粉对试样中碘-直链淀粉复合物的影响,利用马铃薯直链淀粉和支链淀粉的混合标样制作校正曲线,从校正曲线中读出样品的直链淀粉含量。

注:该方法实际上取决于直链淀粉-碘的亲合力,在720 nm测定的目的是使支链淀粉的干扰作用减少到最小。

5 试剂

除非另有说明,仅使用确认为分析纯的试剂,所用的水为蒸馏水或除去矿物质的水或同等纯度的水。

5.1 85%甲醇溶液。

5.2 95%乙醇溶液。

5.3 氢氧化钠溶液

5.3.1 1.0 mol/L 氢氧化钠溶液。

5.3.2 0.09 mol/L 氢氧化钠溶液。

5.4 脱蛋白溶液

5.4.1 20 g/L 十二烷基苯磺酸钠溶液:使用前加亚硫酸钠至浓度为 2 g/L。

5.4.2 3 g/L 氢氧化钠溶液。

5.5 1 mol/L 乙酸溶液。

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

5.7 马铃薯直链淀粉标准溶液:不含支链淀粉,浓度为 1 mg/mL。

5.7.1 用甲醇(5.1)对马铃薯直链淀粉进行脱脂,以 5 滴/s~6 滴/s 的速度回流抽提 4 h~6 h。

马铃薯直链淀粉应很纯,应经过安培滴定或电位滴定测试。有些市售的马铃薯直链淀粉纯度不高,将可能给出不正确的高的直链淀粉含量结果。纯的直链淀粉应能够结合不少于其自身质量的 19%~20% 的碘。马铃薯直链淀粉纯度检验参见附录 A。

5.7.2 将脱脂后的直链淀粉放在一个适当的盘子上铺开,放置 2 d,以使残余的甲醇挥发并达到水分平衡。支链淀粉(5.8)和试样(8.1)按同样方法处理。

5.7.3 称取 100 mg±0.5 mg 经脱脂及水分平衡后的直链淀粉于 100 mL 锥形瓶(6.8)中,小心加入 1.0 mL 乙醇(5.2),将粘在瓶壁上的直链淀粉冲下,加入 9.0 mL 1 mol/L 的氢氧化钠溶液(5.3.1),轻摇使直链淀粉完全分散开。随后将混合物在沸水浴(6.7)中加热 10 min 以分散马铃薯直链淀粉。分散后取出冷却到室温,转移至 100 mL 容量瓶中(6.6)。加水至刻度,剧烈摇匀。1 mL 此标准分散液含 1 mg 直链淀粉。

当测试样品时,直链淀粉和支链淀粉在相同的条件下进行水分平衡,则不需要进行水分校正,获得测试结果为大米干基结果。如果测试样品和标准品不是在相同的条件下制备的,则样品和标准品的水分都要依据 GB/T 21305 进行水分测试,结果也应相应校正。

5.8 支链淀粉标准溶液:浓度为 1 mg/mL。

备好支链淀粉含量 99%(质量分数)以上的糯性(蜡质)米粉。将糯米浸泡后用捣碎机(6.1)将它们捣成微细分散状。使用脱蛋白溶液(5.4.1 或 5.4.2)彻底去掉蛋白,洗涤,然后按照 5.7.1,用甲醇(5.1)进行回流抽提脱脂,将脱脂后的支链淀粉平铺在平皿上,放置 2 d,以挥发残余的甲醇,并平衡水分。

用支链淀粉取代直链淀粉,按照 5.7.3,制备支链淀粉标准溶液,1 mL 支链淀粉标准液含 1 mg 支链淀粉。支链淀粉的碘结合量应该少于 0.2%(参见附录 A)。

6 仪器

实验室常用仪器以及以下仪器:

6.1 实验室捣碎机。

6.2 粉碎机:可将大米粉碎并通过 150 μm~180 μm(80 目~100 目)筛,推荐使用配置 0.5 mm 筛片的旋风磨。

6.3 筛子:150 μm~180 μm(80 目~100 目)筛。

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

6.5 抽提器:能采用甲醇回流抽提样品,速度为 5 滴/s~6 滴/s。

6.6 容量瓶:100 mL。

6.7 水浴锅。

6.8 锥形瓶:100 mL。

6.9 分析天平:分度值 0.000 1 g。

7 扦样

扦样应具有代表性,并保证样品在运输和储存过程中无损坏和改变。

扦样不是本标准的一部分,推荐按 ISO 13690^[1]规定执行。

8 操作步骤

8.1 试样的制备

取至少 10 g 精米,用旋风磨(6.2)粉碎成粉末,并通过规定的筛网(6.3)。

按照 5.7.1,采用甲醇溶液(5.1)回流抽提脱脂。

注:脂类物质会和碘争夺直链淀粉形成复合物,研究证明对米粉脱脂可以有效降低脂类物质的影响,样品脱脂后可获得较高的直链淀粉结果。

脱脂后将试样在盘子或表面皿上铺成一薄层,放置 2 d,以挥发残余甲醇,并平衡水分(见 5.7)。

警告——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。

8.2 样品溶液的制备

称取 100 mg±0.5 mg 试样(8.1)于 100 mL 锥形瓶(6.8)中,小心加入 1 mL 乙醇溶液(5.2)到试样中,将粘在瓶壁上的试样冲下。移取 9.0 mL 1.0 mol/L 氢氧化钠溶液(5.3.1)到锥形瓶(6.8)中,并轻轻摇匀,随后将混合物在沸水浴(6.9)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(6.6)中。加蒸馏水定容并剧烈振摇混匀。

8.3 空白溶液的制备

采用与测定样品时相同的操作步骤及试剂,但使用 5.0 mL 0.09 mol/L 氢氧化钠溶液(5.3.2)替代样品制备空白溶液。

8.4 校正曲线的绘制

8.4.1 系列标准溶液的制备

按照表 1 混合配制直链淀粉(5.7)和支链淀粉标准分散液(5.8)及 0.09 mol/L 氢氧化钠溶液(5.3.2)的混合液。

表 1 系列标准溶液

大米直链淀粉含量 (干基 ^a)/%	马铃薯直链淀粉 标准液(5.7)/mL	支链淀粉标准液 (5.8)/mL	0.09 mol/L 氢氧化钠 (5.3.2)/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

^a 上述数据是在平均淀粉含量为 90% 的大米干基基础上计算所得。

8.4.2 显色和吸光度测定

准确移取 5.0 mL 系列标准溶液(8.4.1)到预先加入大约 50 mL 水的 100 mL 容量瓶(6.6)中,加 1.0 mL 乙酸溶液(5.5),摇匀,再加入 2.0 mL 碘试剂(5.6),加水至刻度,摇匀,静置 10 min。

分光光度计(6.4)用空白溶液(8.3)调零,在 720 nm 处测定系列标准溶液的吸光度。

8.4.3 绘制校正曲线

以吸光度为纵坐标,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。

8.5 样品溶液测定

准确移取 5.0 mL 样品溶液(8.2)加入到预先加入大约 50 mL 水的 100 mL 容量瓶(6.6)中,从加入乙酸溶液(5.5)开始,按照 8.4.2 步骤操作。

用空白溶液(8.3)调零,在 720 nm 处测定样品溶液的吸光度值。

注:可以用全自动分析仪如流动注射仪来代替手工分光光度计测量(参见附录 B)。

每一样品溶液应做两份平行测定。

9 结果表示

按照 ISO 8466-1,参照校正曲线(8.4.3)的吸光度值(8.5)得到测试结果。直链淀粉含量表示为干基质量分数。

以两次测定结果的算术平均值为测定结果。

10 精确度

10.1 实验室间试验

国际实验室间精确度比对测试详情参见附录 C。测试获得的数据可能不适用于其他浓度范围和材料。

10.2 重复性

在同一实验室,由同一操作者使用相同设备,按相同的测试方法,并在短时间内,对同一被试对象,独立进行测试获得的两次独立测试结果差的绝对值,大于重复性限 r 的情况不超过 5%。重复性限 r 以质量分数表示,按式(1)计算:

$$r = 0.6972 \times w^{0.20} \dots\dots\dots(1)$$

式中:

w ——两次直链淀粉样品测试结果的平均值,单位为克每百克(g/100 g)。

10.3 再现性

在不同实验室,由不同的操作者使用不同的设备,按相同的测试方法,对同一被测对象相互独立进行测试获得的两次独立测试结果的绝对差值,大于再现性限 R 的情况不超过 5%。再现性限 R 以质量分数表示,按式(2)计算:

$$R = 1.899 \times w^{0.38} \dots\dots\dots(2)$$

式中:

w ——两次直链淀粉样品测试结果的平均值,单位为克每百克(g/100 g)。

11 检测报告

检测报告应包括:

- a) 完成测试样品的所有必需信息;
- b) 采用的样方法;
- c) 测试方法及参考本标准的章节;
- d) 在本标准中未指定的所有操作的细节及易对结果产生影响的操作的细节;
- e) 测试结果或经过重复性检查的最终结果。

附录 A

(资料性附录)

马铃薯直链淀粉标准品制备方法

A.1 总论

马铃薯直链淀粉标准品应具备:

- 直链淀粉应能够结合不少于其自身质量的 19%~20% 的碘;
- 碘-淀粉结合体的最大吸光度值应在 640 nm±10 nm 之间;
- 淀粉的含量在 99% 以上(以干基计)。

A.2 碘结合力的测试

A.2.1 试剂

除了第 5 章中的试剂外,还需要下列试剂:

- A.2.1.1 碘化钾溶液:0.1 mol/L。
- A.2.1.2 标准碘酸钾溶液:0.001 0 mol/L。

A.2.2 仪器

除了第 6 章中的仪器外,还需要下列仪器:

- A.2.2.1 微量滴定管:1 mL 或者 2 mL。
- A.2.2.2 电位计:精确到±0.1 mV,配有铂工作电极和甘汞参比电极。也可选用滴定器。

按照参考文献[8]的方法,也可以测定碘的结合力。

A.2.3 步骤

按照 5.7 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 200 mL 烧杯中,加 85 mL 水,5.0 mL 1 mol/L 乙酸溶液(5.5)和 5.0 mL 碘化钾溶液(A.2.1.1)。然后用微量滴管(A.2.2.1)向烧杯中滴加标准碘酸钾溶液(A.2.1.2),每滴 0.05 mL,每加一滴 1 min 后用电位滴定法测定,结果以 mV 计。终点可由滴定曲线的二阶导数图计算。

A.2.4 计算

碘结合力以质量分数表示,可按式(A.1)计算:

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

式中:

- x ——碘结合力,%;
- 0.761 0——每毫升标准碘酸钾溶液(A.2.1.2)相当于碘的质量,单位为毫克(mg);
- V ——滴定耗用的标准碘酸钾溶液(A.2.1.2)的体积,单位为毫升(mL);
- m ——直链淀粉总量,单位为毫克(mg);
- w_m ——按照 ISO 712 测定的直链淀粉的水分含量,%。

A.3 碘-淀粉复合物的分光光度计测定

称 0.100 0 g 马铃薯直链淀粉加入到 100 mL 烧杯中,加 1.0 mL 乙醇溶液(5.2)浸润样品。然后加 9 mL 氢氧化钠溶液(5.3.1),样品用水浴锅(6.7)在 85 °C 水浴加热,直到其完全分散。冷却并且用水稀

释定容到 100 mL 容量瓶(6.6)中,剧烈振摇混匀。

移取 2.0 mL 马铃薯直链淀粉溶液到 100 mL 容量瓶中,加入 3.0 mL 氢氧化钠溶液(5.3.2)、50 mL 水、1 mL 乙酸溶液(5.5)和 1 mL 碘试剂(5.6),用水稀释到 100 mL,静置 10 min,用分光光度计测量在波长 500 nm~800 nm 范围吸光度。

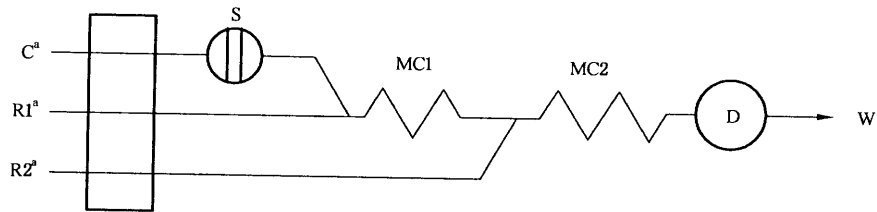
溶液最大吸光度应该在 640 nm \pm 10 nm 之间。

A.4 淀粉含量的测定

参照标准 ISO 15914^[4] 执行。

附录 B
(资料性附录)

流动注射分析仪(FIA)测定直链淀粉



- C^a——载流液(5.3.2);
- 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^a——乙酸溶液(5.5);
- R2^a——碘液(5.6);
- 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。

图 B.1 流动注射分析仪

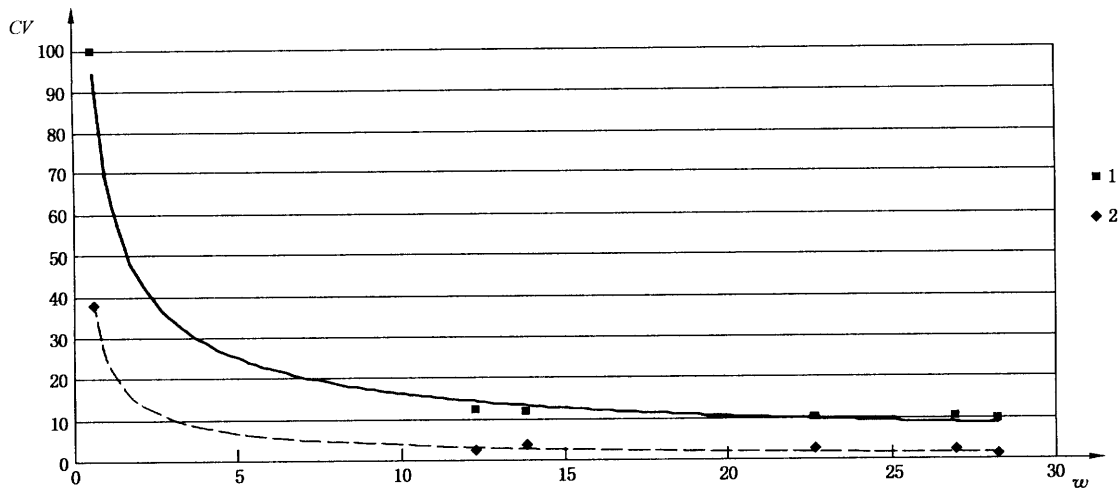
附录 C
(资料性附录)
实验室间结果比对

2004年,瑞典福斯公司(FOSS AB)组织了实验室之间的试验分析,涉及来自11个国家包括2个国际组织的23个实验室,分析了6组大米样品。样品由泰国工业标准化协会提供的各浓度直链淀粉。

由匈牙利标准化协会依照ISO 5725-1^[2]和ISO 5725-2^[3]方法,对得到的结果经过统计分析,给出如下表C.1的精密度数据。

表 C.1 统计分析结果

项目	大米样品					
	A	B	C	D	E	F
实验室个数(排除超差大的实验室)	21	21	21	21	20	17
平均值/(g/100 g)	12.28	22.63	13.85	26.97	0.59	28.22
重复性标准差(S_r)/(g/100 g)	0.31	0.63	0.54	0.62	0.22	0.28
重复性变异系数/%	2.49	2.79	3.89	2.30	38.02	0.99
重复性限值($r=2.8S_r$)/(g/100 g)	0.86	1.76	1.51	1.74	0.62	0.78
再现性标准差(S_R)/(g/100 g)	1.19	2.29	1.61	2.68	0.59	2.71
再现性变异系数/%	9.69	10.12	11.65	9.95	100.16	9.60
再现性限值($R=2.8S_R$)/(g/100 g)	3.33	6.41	4.52	7.51	1.64	7.59



CV——变异系数,以百分比表示;

1——再现性, $y=67.814x^{-0.6180}$, $R^2=0.981$;

2——重复性, $y=24.895x^{-0.8028}$, $r^2=0.920$;

w——直链淀粉含量,以百分比表示。

图 C.1 直链淀粉含量的质量分数与变异系数的相关性

参 考 文 献

- [1] ISO 13690:1999, Cereals, pulses and milled products—Sampling of static batches
- [2] ISO 5725-1:1994, Accuracy(trueness and precision)of measurement methods and results—Part 1:General principles and definitions
- [3] ISO 5725-2:1994, Accuracy(trueness and precision)of measurement methods and results—Part 2:Basic method for the determination of repeatability and reproducibility of a standard measurement method
- [4] ISO 15914:2004, Animal feeding stuffs—Enzymatic determination of total starch content
- [5] AACC method 61-03 (re-approved 1999; this method is equivalent to the withdrawn ISO 6647:1987)
- [6] European Commission Report EUR 16612 EN, 1995: The certification of the amylose content(mass fraction) of three rice reference materials as measured according to method ISO 6647. CRM's 465, 466 and 467
- [7] Juliano B. O. A simplified assay for milled rice amylase, *Cereal Sci. Today*, 16, pp. 334-340, 360(1971)
- [8] Schoch T. J. Iodometric determination of amylase. In: Whistler R. L. (ed.). *Methods of carbohydrate chemistry*, Vol. 4, pp. 157-60, Academic Press, New York, 1964
-

中 华 人 民 共 和 国
国 家 标 准
大 米 直 链 淀 粉 含 量 的 测 定
GB/T 15683—2008/ISO 6647-1:2007

*

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

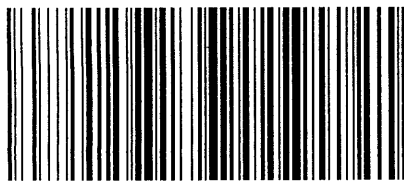
*

开 本 880×1230 1/16 印 张 1 字 数 17 千 字
2009 年 2 月 第 一 版 2009 年 2 月 第 一 次 印 刷

*

书 号 :155066·1-35656 定 价 16.00 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 15683-2008