



中华人民共和国国家标准

GB/T 9826—XXXX
代替 GB/T 9826—2008

粮油检验 小麦粉破损淀粉测定 α -淀粉酶 法

Inspection of grain and oils—Determination of starch damage in
flour—Alpha-amylase method

（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

目 次

前言	III
1 范围	1
2 规范性引用文件	1
3 术语和定义	1
4 原理	1
5 试剂和材料	1
6 仪器和用具	1
7 操作步骤	2
7.1 样品准备	2
7.2 酶解和提取	2
7.3 还原糖的测定	3
8 结果计算	3
8.1 还原糖含量的计算	3
8.2 破损淀粉值的计算	3
8.3 破损淀粉值（14%水分基）的计算	4
9 精密度	4
9.1 实验室间精密度验证结果	4
9.2 重复性	4
9.3 再现性	4
附录 A（规范性） 0.1 mol/L 铁氰化钾与还原糖含量对照表	5
附录 B（资料性） 实验室间测试结果	6
参考文献	7

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 9826—2008《粮油检验 小麦粉破损淀粉测定 α -淀粉酶法》。与GB/T 9826—2008相比，除结构调整和编辑性改动外，主要技术变化如下：

- 更改了原理（见第4章，2008年版的第4章）；
- 更改了试剂和材料（见第5章，2008年版的第6章和附录A.3）；
- 更改了仪器和用具（见第6章，2008年版的第5章和附录A.2）；
- 增加了水分测定的方法要求（见7.1.1）；
- 更改了称样量（见7.1.2，2008年版的7.1）；
- 更改了计算公式（见第8章，2008年版的第8章和附录A.5）；
- 增加了再现性（见9.3）；
- 更改了0.1 mol/L铁氰化钾与还原糖含量对照表（见表A.1，2008年版的表A.1）；
- 增加了实验室间测试结果（见附录B）。

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：北京市食品检验研究院（北京市食品安全监控和风险评估中心）、国家粮食和物资储备局科学研究院、国家粮食和物资储备局标准质量中心、中储粮成都储藏研究院有限公司、河南工业大学、南京财经大学、山东省粮油检测中心、安徽省粮油产品质量监督检测站、湖北省粮油食品质量监督检测中心、中储粮陕西质检中心有限公司、西藏自治区粮食局粮油中心化验室。

本文件主要起草人：李辉、常柳、姜洁、郭玉婷、李丹丹、许诺、李振华、沈素文、李光磊、黄亚伟、陈轲、魏军彦、王亚萍、王伊乔、秦时聪、刘佳盟、扎西曲宗、杨颀伊。

本文件及其所代替文件的历次版本发布情况为：

- 1988年首次发布为GB/T 9826—1988，2008年第一次修订；
- 本次为第二次修订。

粮油检验 小麦粉破损淀粉测定 α -淀粉酶法

1 范围

本文件描述了测定小麦粉破损淀粉的 α -淀粉酶法。
本文件适用于小麦粉破损淀粉的测定。

2 规范性引用文件

下列文件中的内容通过文中的规范性引用而构成本文件必不可少的条款。其中，注日期的引用文件，仅该日期对应的版本适用于本文件；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/T 601 化学试剂 标准滴定溶液的制备
GB 5009.3 食品安全国家标准 食品中水分的测定
GB/T 5497 粮油检验 粮食、油料中水分的测定
GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法

3 术语和定义

下列术语和定义适用于本文件。

3.1

破损淀粉 damaged starch

小麦中的淀粉颗粒在研磨过程中受到机械损伤而产生破损的淀粉。

4 原理

小麦粉的破损淀粉易于被真菌 α -淀粉酶水解为麦芽糖等还原糖，而完整的淀粉粒水解困难，通过过滤除去完整淀粉粒，滤液中的还原糖在碱性溶液中将铁氰化钾还原为亚铁氰化钾，还原糖本身被氧化为相应的糖酸。过量的铁氰化钾在乙酸的存在下，与碘化钾作用下析出碘，析出的碘以硫代硫酸钠标准溶液滴定。通过计算氧化还原糖时所用的铁氰化钾的量，查表得试样中还原糖的含量，利用还原糖含量计算出小麦粉中破损淀粉的含量。

5 试剂和材料

除另有规定外，所使用的试剂均为分析纯，水为GB/T 6682规定的三级水。

- 5.1 无水乙酸钠 (CH_3COONa)。
- 5.2 冰乙酸 (CH_3COOH)。
- 5.3 硫酸 (H_2SO_4)。
- 5.4 钨酸钠 ($\text{Na}_2\text{WO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$)。

- 5.5 铁氰化钾[$K_3 Fe (CN)_6$]。
- 5.6 无水碳酸钠($Na_2 CO_3$)。
- 5.7 氯化钾(KCl)。
- 5.8 硫酸锌($ZnSO_4 \cdot 7H_2 O$)。
- 5.9 可溶性淀粉。
- 5.10 碘化钾(KI)。
- 5.11 氢氧化钠(NaOH)。
- 5.12 α -淀粉酶: CAS 号 9001-19-8, ,由米曲霉制得, 活力为 200 U/mg~350 U/mg, 按照产品要求保存。
- 5.13 乙酸缓冲液: 将 4.1 g 无水乙酸钠和 3.0 mL 冰乙酸混合溶解, 用水稀释定容至 1000 mL, 溶液 pH 为 4.6~4.8。使用前置于水浴中预热到 30 °C。
- 5.14 3.68 mol/L 硫酸溶液: 将 100 mL 浓硫酸($H_2 SO_4$) 加入到大约 700 mL 水中, 用水定容至 1000 mL。
- 5.15 钨酸钠溶液: 称取 12.0 g 钨酸钠溶于水, 并定容至 100 mL。
- 5.16 0.1 mol/L 碱性铁氰化钾溶液: 称取 32.9 g 铁氰化钾与 44.0 g 无水碳酸钠用适量水溶解后定容至 1000 mL, 贮于棕色瓶中避光保存。
- 5.17 乙酸盐溶液: 称取 70 g 氯化钾和 40 g 硫酸锌溶于 750 mL 水中, 然后缓慢加入 200 mL 冰乙酸, 再用水稀释定容至 1000 mL。
- 5.18 可溶性淀粉-碘化钾溶液: 用少量冷水调和 2 g 的可溶性淀粉, 然后慢慢加入沸腾的水中(小于 50 mL), 继续煮沸直至溶液透明。冷却后, 加入 50 g 碘化钾, 用水稀释定容至 100 mL, 并加入 1 滴饱和的氢氧化钠溶液。
- 5.19 0.1 mol/L 硫代硫酸钠标准滴定溶液: 按 GB/T 601 配制、标定和贮存, 或购买经国家认证并授予标准物质证书的标准滴定溶液。
- 5.20 中速定量无灰滤纸。

6 仪器和用具

- 6.1 恒温水浴: 水温控制在 30 °C $\pm$ 1 °C。
- 6.2 试管: 直径 1.8 cm~2.0 cm, 高约 18 cm 试管, 或 50 mL 比色管。
- 6.3 量筒: 25 mL、50 mL。
- 6.4 天平: 感量为 0.01 g、0.001 g。
- 6.5 移液管或移液器: 1.0 mL、5.0 mL、10.0 mL。
- 6.6 pH 计或精密 pH 试纸: 可测 pH 4.6~pH 4.8。
- 6.7 微量滴定管: 10 mL。
- 6.8 磨口具塞锥形瓶: 100 mL。
- 6.9 锥形瓶: 150 mL。
- 6.10 电热板。

7 操作步骤

7.1 样品准备

- 7.1.1 试样充分混匀后按照 GB 5009.3 或 GB/T 5497 的方法测定试样水分含量。

7.1.2 称取混匀后的试样 $1.000\text{ g} \pm 0.001\text{ g}$ 置于 100 mL 具塞锥形瓶中。

7.2 酶解和提取

称取 $0.050\text{ g} \pm 0.001\text{ g}$ α -淀粉酶置于称有试样的锥形瓶中，加入 45 mL 乙酸缓冲液，混匀。迅速放入 $30\text{ }^{\circ}\text{C}$ 恒温水浴中保温 15 min（从加入乙酸缓冲液算起）。保温后，加入 3.0 mL 硫酸溶液和 2.0 mL 钨酸钠溶液，充分混合后静置 2 min。将混合液过滤，弃去最初几滴滤液，收集滤液于试管中，此滤液即为试样测定液。同时做空白实验。

7.3 还原糖的测定

7.3.1 氧化：另取洁净试管，精确移取 5.0 mL 试样测定液至试管中。向试管中加入 10.0 mL 碱性铁氰化钾溶液，混合均匀，然后将试管浸入剧烈沸腾的水浴中，试管中的液面应低于沸水液面 3 cm~4 cm。试管在沸水浴中保持 20 min，取出试管立即用流水冷却。

注：样品提取物的过滤处理与沸水浴处理的时间间隔不要超过 15 min~20 min。进一步延迟可能引起蔗糖在酸溶液中的分解而导致测定误差。

7.3.2 滴定：冷却后将试管中溶液倒入 150 mL 锥形瓶中，用 25 mL 乙酸盐溶液洗涤试管，并将洗涤液也加入锥形瓶。混匀后加入 1 mL 的淀粉-碘化钾溶液，混匀。然后用 0.1 mol/L 硫代硫酸钠标准滴定溶液滴定至蓝色完全消失，并记录下消耗的硫代硫酸钠标准滴定溶液体积（ V_1 ）。

7.3.3 空白试验：吸取空白液 5.0 mL，代替试样测定液按照 7.3.1~7.3.2 步骤操作，并记录消耗的硫代硫酸钠溶液体积（ V_0 ）。

8 结果计算

8.1 还原糖含量的计算

还原糖所需 0.1 mol/L 铁氰化钾体积 V 按式（1）计算：

$$V = \frac{(V_0 - V_1) \times c}{0.1} \quad (1)$$

式中：

V ——氧化试样测定液中还原糖所需 0.1 mol/L 铁氰化钾溶液的体积，单位为毫升（mL）；

V_0 ——滴定空白液消耗 0.1 mol/L 硫代硫酸钠溶液的体积，单位为毫升（mL）；

V_1 ——滴定试样测定液消耗 0.1 mol/L 硫代硫酸钠溶液的体积，单位为毫升（mL）；

c ——硫代硫酸钠标准滴定溶液浓度，单位为摩尔每升（mol/L）。

计算结果保留小数点后两位。根据 0.1 mol/L 铁氰化钾溶液的体积 V 查附录 A 中表 A.1，即可查得试样中还原糖（以麦芽糖计）含量（ m ）

8.2 破损淀粉值的计算

破损淀粉值按式（2）计算：

$$P = 8.2 \times m \quad (1)$$

式中：

P ——破损淀粉值，%；

m ——由附录 A 得到还原糖（以麦芽糖计）含量，%；

8.2——换算系数。

在重复性条件下，获得的两次独立测试结果的平均数即为测定结果，测定结果保留小数点后两位。

8.3 破损淀粉值（14%水分基）的计算

破损淀粉值（14%水分基）按式（3）计算：

$$P_{14} = P \times \frac{100-14}{100-w} \dots\dots\dots (1)$$

式中：
 P_{14} ——破损淀粉值（14%水分基），%；
 w ——试样水分含量，单位为克/100克（g/100g）或 %。
计算结果保留小数点后两位。

9 精密度

9.1 实验室间精密度验证结果

本方法精密度的实验室间测试情况见附录B。

9.2 重复性

在重复性条件下获得的两次独立测试结果的绝对差值不应超过算术平均值的5%。

9.3 再现性

在再现性条件下获得的两次独立测试结果的绝对差值不应超过算术平均值的12%。

附 录 A

(规范性)

0.1 mol/L 铁氰化钾与还原糖含量对照表

0.1 mol/L铁氰化钾与还原糖含量对照表见表A.1。

表 A.1 0.1 mol/L 铁氰化钾与还原糖含量对照表

0.1 mol/L 铁氰化钾 mL	还原糖 ^a %	0.1 mol/L 铁氰化钾 mL	还原糖 %	0.1 mol/L 铁氰化钾 mL	还原糖 %	0.1 mol/L 铁氰化钾 mL	还原糖 %
0.10	0.05	2.30	1.16	4.50	2.37	6.70	3.79
0.20	0.10	2.40	1.21	4.60	2.44	6.80	3.85
0.30	0.15	2.50	1.26	4.70	2.51	6.90	3.92
0.40	0.20	2.60	1.30	4.80	2.57	7.00	3.98
0.50	0.25	2.70	1.35	4.90	2.64	7.10	4.06
0.60	0.31	2.80	1.40	5.00	2.70	7.20	4.12
0.70	0.36	2.90	1.45	5.10	2.76	7.30	4.18
0.80	0.41	3.00	1.51	5.20	2.82	7.40	4.25
0.90	0.46	3.10	1.56	5.30	2.88	7.50	4.31
1.00	0.51	3.20	1.61	5.40	2.95	7.60	4.38
1.10	0.56	3.30	1.66	5.50	3.02	7.70	4.45
1.20	0.60	3.40	1.71	5.60	3.08	7.80	4.51
1.30	0.65	3.50	1.76	5.70	3.15	7.90	4.58
1.40	0.71	3.60	1.82	5.80	3.22	8.00	4.65
1.50	0.76	3.70	1.88	5.90	3.28	8.10	4.72
1.60	0.80	3.80	1.95	6.00	3.34	8.20	4.78
1.70	0.85	3.90	2.01	6.10	3.41	8.30	4.85
1.80	0.90	4.00	2.07	6.20	3.47	8.40	4.92
1.90	0.96	4.10	2.13	6.30	3.53	8.50	4.99
2.00	1.01	4.20	2.18	6.40	3.60	8.60	5.05
2.10	1.06	4.30	2.25	6.50	3.67	8.70	5.12
2.20	1.11	4.40	2.31	6.60	3.73	8.80	5.19
^a 还原糖含量以麦芽糖计。							

附 录 B
(资料性)
实验室间测试结果

组织8家实验室对7份样品破损淀粉进行测试，测试结果按GB/T 6379. 1—2004和GB/T 6379. 2—2004统计分析，统计结果见表B. 1。

表 B. 1 小麦粉破损淀粉实验室间实验统计结果

样品号	YZ01	YZ02	YZ03	YZ04	YZ05	YZ06	YZ07
实验室数目	8	8	8	8	8	8	8
排除异常值 后实验室数 量	8	8	8	8	8	8	8
平均值/%	6. 36	7. 79	9. 73	11. 04	13. 43	17. 46	15. 59
重复性标准 偏差, S_r /%	0. 12	0. 14	0. 17	0. 17	0. 16	0. 23	0. 18
重复性变异 系数/%	1. 85	1. 81	1. 78	1. 52	1. 18	1. 29	1. 17
重复性限, r (2. 8× S_r) /%	0. 33	0. 40	0. 49	0. 47	0. 44	0. 63	0. 51
再现性标准 偏差, S_R /%	0. 27	0. 32	0. 35	0. 32	0. 25	0. 36	0. 30
再现性变异 系数/%	4. 17	4. 13	3. 55	2. 87	1. 85	2. 07	1. 91
再现性限, R (2. 8× S_R) /%	0. 74	0. 90	0. 97	0. 89	0. 70	1. 01	0. 83

参 考 文 献

- [1] GB/T 6379.1—2004 测量方法与结果的准确度（正确度与精密度）第1部分：总则与定义
 - [2] GB/T 6379.2—2004 测量方法与结果的准确度（正确度与精密度）第2部分：确定标准测量方法重复性与再现性的基本方法
-