



中华人民共和国国家标准

GB/T 22427.8—2008/ISO 5809:1982
代替 GB/T 12089—1989

淀粉及其衍生物硫酸化灰分测定

Starches and derived products—Determination of sulphated ash

(ISO 5809:1982, 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 发布
中国国家标准化管理委员会

前 言

本标准等同采用 ISO 5809:1982《淀粉及其衍生物硫酸化灰分测定方法》(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 12089—1989《淀粉及其衍生物硫酸化灰分测定方法》。

本标准 and GB/T 12089—1989 相比主要修改如下:

- 标准名称改为《淀粉及其衍生物硫酸化灰分测定》;
- 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”。

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。

本标准主要起草人:顾正彪、洪雁、程力、陈洪兴、刘虹、靳晓蕾。

淀粉及其衍生物硫酸化灰分测定

1 范围

本标准规定了测定淀粉及其衍生物硫酸化灰分的方法。

本标准适合于淀粉及其衍生物。

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 22427.2 淀粉水分测定(GB/T 22427.2—2008,ISO 1666:1996,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

硫酸化灰分 sulphated ash

根据本标准规定的方法,样品进行灰化所得到的残留物。

4 原理

加入硫酸的样品在 $525\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 25\text{ }^{\circ}\text{C}$ 下灰化,得到样品的残留物质量。硫酸的作用是有助于破坏有机物和避免氯化物挥发而造成损失。

5 试剂

应使用分析纯试剂和蒸馏水或相当纯度的水。

5.1 硫酸溶液:100 mL 的浓硫酸($\rho_{20}=1.83\text{ g/mL}$)缓慢加到 300 mL 水中混合而成。

5.2 盐酸溶液:100 mL 的浓盐酸($\rho_{20}=1.19\text{ g/mL}$)缓慢加到 500 mL 水中混合而成。

6 仪器

6.1 坩埚:由铂或在测定条件下不受影响的材料制成,容量 100 mL~200 mL,最小使用表面积为 15 cm^2 。

6.2 灰化炉:有控制和调节温度的装置,可提供 $525\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 25\text{ }^{\circ}\text{C}$ 的灰化温度。

6.3 电热板或本生灯。

6.4 干燥器:内有有效充足的干燥剂和一个厚的多孔板。

6.5 水浴锅:水浴温度可保持在 $60\text{ }^{\circ}\text{C} \sim 70\text{ }^{\circ}\text{C}$ 。

6.6 分析天平。

7 操作过程

7.1 坩埚的准备

不管是新的或是使用过的坩埚(6.1),应先用沸腾的稀盐酸(5.2)洗涤,再用大量自来水洗涤,最后用蒸馏水冲洗。

将洗净的坩埚置于灰化炉(6.2)内,在 $525\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 25\text{ }^{\circ}\text{C}$ 下灼烧 30 min,并在干燥器(6.4)内冷却至室温,然后称重,精确至 0.000 2 g。坩埚灼烧至恒重。

7.2 样品预处理

样品应充分混匀。粉末样品应小心而快速地搅动,液体样品用玻璃棒在容器中混合均匀。如果容器体积不够,应迅速将其转移到容积适当并预先洗净干燥的容器中,应避免任何能引起样品水分含量变化的操作。

如样品直接精确称量有困难(如葡萄糖成团状),则可采用下列方法:

- 先称取 100 g 样品,精确至 0.01 g。倒入预先已带盖子一起称重并精确至 0.01 g 的干燥容器。加入约 100 mL $90\text{ }^{\circ}\text{C}$ 的水,盖上盖子搅拌直至样品完全溶解,冷却至室温并称重,精确至 0.01 g。
- 或不加水溶解,盖上盖子直接插入水浴锅(6.5)中,温度控制在 $60\text{ }^{\circ}\text{C} \sim 70\text{ }^{\circ}\text{C}$ 之间,使样品熔化,从水浴锅中取出容器,带盖摇荡,使冷凝水与样品混合,然后冷却至室温称重,精确至 0.01 g。

7.3 称样

如要稀释,按 7.2 所述方法进行,以获得表 1 所示的样品质量。

其余情况,根据对硫酸化灰分的估计值,按表 1 称样,精确至 0.001 g。将样品均匀地分布在坩埚内。

表 1

硫酸化灰分含量(质量分数)/%	样品质量/g
≤ 5	10
$> 5, \leq 10$	5
> 10	2

7.4 炭化

将 5 mL 硫酸溶液(5.1)加入样品或所取的稀释液中,用玻璃棒搅拌混合,并用少量水冲洗玻璃棒,将冲洗物收集入坩埚内。坩埚放在电热板或本生灯(6.3)上,小心加热,直至全部炭化。

此操作应在通风橱内进行。

7.5 灰化

把坩埚放入灰化炉(6.2)内,将温度控制在 $525\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 25\text{ }^{\circ}\text{C}$,并保持此温度直至碳化物完全消失为止,通常 2 h 即可完成。

坩埚冷却后,滴几滴硫酸溶液(5.1)于残留物中,将其置于灰化炉口蒸发,并再次灰化 30 min。然后将坩埚移入干燥器(6.4)内,冷却至室温。称坩埚和所含残留物质量,精确至 0.000 2 g。

灰化直至恒重,每次放入干燥器的坩埚不得超过四个。

7.6 测定次数

应进行平行实验。

8 结果计算

若硫酸化灰分含量以样品残留物质量占样品质量的百分比表示,计算公式见式(1)。

$$X = (m_2 - m_1) \times \frac{100}{m_0} \dots\dots\dots (1)$$

若硫酸化灰分含量以样品残留物质量占样品干基质量的百分比表示,计算公式见式(2)。

$$X = (m_2 - m_1) \times \frac{100}{m_0} \times \frac{100}{100 - H} \quad \dots\dots\dots(2)$$

式中:

X ——硫酸化灰分含量,%;

m_2 ——灰化后坩埚和残留物质量,单位为克(g);

m_1 ——灰化前坩埚质量,单位为克(g);

m_0 ——样品质量,单位为克(g);

H ——样品按 GB/T 22427.2,GB/T 22428.3,GB/T 22428.4,ISO 1743 规定的方法测定水分的质量分数,%。

取平行实验的算术平均值为结果,得到的结果之差应符合 9.1 对重复性的要求。计算结果保留两位小数。

注:在氯化钠为主要矿物质的淀粉水解产物中,以氯化钠计算的硫酸化灰分含量要以普通的硫酸化灰分含量乘以系数 0.823,即氯化钠:硫酸钠比例的两倍。

9 精密度

9.1 重复性

当硫酸化灰分含量(质量分数)大于 2%时,平行实验结果的绝对差值不应超过算术平均值的 4%;当硫酸化灰分含量(质量分数)小于 2%时,绝对差值的质量分数不应超过 0.08%。

9.2 再现性

同一样品在两个不同的实验室进行测定,其结果的绝对差值:

当硫酸化灰分含量(质量分数)小于 0.5%时,质量分数应不超过 0.1%;

当硫酸化灰分含量(质量分数)大于 5%时,应不超过算术平均值的 1%;

当硫酸化灰分含量(质量分数)在 0.5%~5%之间时,应不超过算术平均值的 20%。

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。