



中华人民共和国国家标准

GB/T 22427.8—××××
代替 GB/T 22427.8—2008

淀粉及其衍生物 硫酸化灰分测定

Starches and derved products—Determination of sulphated ash

(ISO 5809:1982, MOD)

××××-××-××发布

××××-××-××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
引言	IV
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	1
6 仪器设备	2
7 试验步骤	2
8 结果计算	3
9 精密度	3
10 试验报告	4

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。

本文件是 GB/T 22427 的第8部分。GB/T 22427 已经发布了以下部分：

- GB/T 22427.4 淀粉斑点测定；
- GB/T 22427.5 淀粉细度测定；
- GB/T 22427.6 淀粉白度测定；
- GB/T 22427.7 淀粉粘度测定；
- GB/T 22427.8 淀粉及其衍生物 硫酸化灰分测定；
- GB/T 22427.10 淀粉及其衍生物氮含量测定；
- GB/T 22427.13 淀粉及其衍生物二氧化硫含量的测定。

本文件代替 GB/T 22427.8—2008《淀粉及其衍生物硫酸化灰分测定》，与 GB/T 22427.8—2008 相比，除结构调整和编辑性改动外，主要技术变化如下：

- a) 增加了规范性引用文件 GB/T 12104(见第3章)；
- b) 更改了水的要求(见5.1,2008年版的第5章)；
- c) 更改了水分的试验方法(见第8章,2008年版的第8章)。

本文件修改采用 ISO 5809:1982《淀粉及其衍生物 硫酸化灰分测定》。

本文件与 ISO 5809:1982 相比做了下述结构调整：

- 第5章对应 ISO 5809:1982 中的第5章,其中5.1对应 ISO 5809:1982 中第5章的引导语,5.2和5.4对应 ISO 5809:1982 中的5.1,5.3和5.5对应 ISO 5809:1982 中的5.2；
- 第8章对应 ISO 5809:1982 中的8.1；
- 第9章对应 ISO 5809:1982 中的8.2和8.3,其中9.1对应 ISO 5809:1982 中的8.2,9.2对应 ISO 5809:1982 中的8.3；
- 第10章对应 ISO 5809:1982 中的第9章。

本文件与 ISO 5809:1982 的技术差异及其原因如下：

- 增加了 GB/T 12104(见第3章)和 GB/T 6682(见5.1)作为规范性引用文件；
- 用规范性引用的 GB 5009.3 替换了 ISO 1666、GB/T 22428.3 替换了 ISO 1741、GB/T 22428.4 替换了 ISO 1742(见第9章),以适应我国的技术条件。

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。

本文件由中国商业联合会提出。

本文件由全国食用淀粉及淀粉衍生物标准化技术委员会(SAC/TC 552)归口。

本文件起草单位：江南大学、嘉兴未来食品研究院、甘肃丰收农业科技有限公司、中国商业联合会。

本文件主要起草人：洪雁、顾正彪、谢晓驰、程力、李令金、孙圣麟、李兆丰、李才明、班宵逢、李祥波。

本文件所代替文件的历次版本发布情况为：

- GB/T 12089,1989年首次发布；
- GB/T 22427.8,2008年首次发布。

引 言

GB/T 22427 旨在描述淀粉及其衍生物系列指标的测定方法,为开展淀粉及其衍生物产品质量评价提供试验方法,拟由七个部分构成。

- GB/T 22427.4 淀粉斑点测定。目的在于确定淀粉、变性淀粉斑点的测定原理和方法。
- GB/T 22427.5 淀粉细度测定。目的在于确定淀粉、变性淀粉细度的测定原理和方法。
- GB/T 22427.6 淀粉白度测定。目的在于确定淀粉、变性淀粉白度的测定原理和方法。
- GB/T 22427.7 淀粉粘度测定。目的在于确定淀粉、变性淀粉粘度的测定原理和方法。
- GB/T 22427.8 淀粉及其衍生物 硫酸化灰分测定。目的在于确定淀粉及其衍生物硫酸化灰分的测定原理和方法。
- GB/T 22427.10 淀粉及其衍生物氮含量测定。目的在于确定淀粉及其衍生物氮含量的测定原理和方法。
- GB/T 22427.13 淀粉及其衍生物二氧化硫含量的测定。目的在于确定淀粉及其衍生物二氧化硫含量的测定原理和方法。

淀粉及其衍生物 硫酸化灰分测定

1 范围

本文件描述了测定淀粉及其衍生物硫酸化灰分的方法。

本文件适用于淀粉及其衍生物。

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 6682 分析实验室用水规格和试验方法(GB/T 6682—2008,ISO 3696:1987,MOD)

GB 5009.3 食品安全国家标准 食品中水分的测定

GB/T 12104 淀粉及其衍生物术语

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 干物质的测定 折射率法(Glucose syrup—Determination of dry matter content—Refractive index method)

3 术语和定义

GB/T 12104 界定的以及下列术语和定义适用于本文件。

3.1

硫酸化灰分 sulphated ash

样品经过硫酸处理后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的挥发而造成损失。

5 试剂

除非另有规定,仅使用分析纯试剂。

5.1 水:GB/T 6682,三级。

5.2 浓硫酸: $\rho_{20} = 1.83\text{ g/mL}$ 。

5.3 浓盐酸: $\rho_{20} = 1.19\text{ g/mL}$ 。

5.4 硫酸溶液:100 mL 的浓硫酸(5.2)缓慢加入 300 mL 水中混合而成。

5.5 盐酸溶液:100 mL 的浓盐酸(5.3)缓慢加入 500 mL 水中混合而成。

6 仪器设备

- 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 cm²。
- 6.2 灰化炉:有控制和调节温度的装置,可提供 525 °C±25 °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 °C~70 °C。
- 6.6 分析天平。

7 试验步骤

7.1 坩埚的准备

坩埚(6.1)先用沸腾的盐酸溶液(5.5)洗涤,再用大量自来水洗涤,最后用水(5.1)冲洗。

将洗净的坩埚置于灰化炉(6.2)内,在 525 °C±25 °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

充分混匀样品,粉末样品小心而快速地搅动,液体样品用玻璃棒在容器中混合均匀。

如果容器体积不够,则迅速将其转移至容积适当并预先洗净干燥的容器中,注意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 5 g 有困难(如葡萄糖成团状),则采用下列的方法。

- a) 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 °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。
- b) 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 °C~70 °C 之间,使样品融化,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 所述方法进行取样,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 g/100 g	样品质量 g
≤5	10
>5~10	5
>10	2

7.4 炭化

将 5 mL 硫酸溶液(5.4)加入样品或所取的稀释液(7.3)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。此操作建议在通风橱中进行。

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,通常 2 h 即可完成。

坩埚冷却后,滴 2 滴~3 滴硫酸溶液(5.4)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超过 4 个。

7.6 测定次数

同一样品进行 2 次测定。

8 结果计算

以样品质量计的硫酸化灰分,按公式(1)计算。

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

式中:

X —— 硫酸化灰分,单位为克每百克(g/100 g);

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)。

以样品干物质计的硫酸化灰分,按公式(2)计算。

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

式中:

H —— 样品水分含量,按 GB 5009.3、GB/T 22428.3、GB/T 22428.4、ISO 1743 描述的方法测定,单位为克每百克(g/100 g)。

在满足重复性条件(9.1)的前提下,取 2 次测定所得值的算术平均值为结果,计算结果保留至小数点后 2 位。假如没有,重复试验。

注:如果是含氯化钠(NaCl)为主要矿物质的淀粉水解产物中,以 NaCl 计的灰分用硫酸化灰分乘以系数 0.823 得到,系数 0.823 是 $2(\text{NaCl})/(\text{Na}_2\text{SO}_4)$ 的比例。

9 精密度

9.1 重复性

当硫酸化灰分含量大于 2(g/100 g)时,平行试验结果的绝对差值不应超过算术平均值的 4%;当硫酸化灰分含量小于 2(g/100 g)时,绝对差值不应超过 0.08(g/100 g)。

9.2 再现性

同一样品在 2 个不同的实验室进行测定,其结果之差的绝对差值:

- 当硫酸化灰分小于 0.5(g/100 g)时,应不超过 0.1(g/100 g);
- 当硫酸化灰分大于 5(g/100 g)时,应不超过算术平均值的 1%;
- 当硫酸化灰分在 0.5(g/100 g)~5(g/100 g)之间时,应不超过算术平均值的 20%。

10 试验报告

试验报告应列出:

- 试验方法;
 - 试验得到的结果;
 - 进行重复性试验而得到的 2 种试验结果;
 - 本文件未规定的或视为可选的任何操作环节,以及任何可能影响试验结果的环节。
- 试验报告应包括完全测试试样必需的所有信息。
-