



中华人民共和国国家标准

GB/T ×××××—××××

变性淀粉中羟丙基含量的测定 分光光度法

Determination of hydroxypropyl content in modified starch—
Spectrophotometric method

××××-××-××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
1 范围	1
2 规范性引用文件	1
3 原理	1
4 试剂和材料	1
5 仪器	1
6 操作方法	2
7 结果计算	2
8 精密度	3

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。

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、吉林中粮生化有限公司、杭州普罗星淀粉有限公司、江苏粤宸生物科技有限公司。

本文件主要起草人：洪雁、顾正彪、佟毅、石建中、王小芬、李义、程力、李兆丰、李才明、班宵逢。

变性淀粉中羟丙基含量的测定

分光光度法

1 范围

本文件规定了用分光光度法测定变性淀粉中羟丙基含量的方法。

本文件适用于含有羟丙基的变性淀粉。

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/T 603 化学试剂 试验方法中所用制剂及制品的制备

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法

3 原理

含有羟丙基基团的变性淀粉在浓硫酸介质中,羟丙基基团被氧化生成丙二醇,丙二醇进一步脱水生成丙醛和丙烯醇。丙醛和丙烯醇在浓硫酸介质中与茚三酮生成紫色络合物,通过测定该络合物在 590 nm 处的吸光度,经过计算得到羟丙基含量。

4 试剂和材料

除注明的以外,所用试剂应为分析纯。试验用水应符合 GB/T 6682 中规定的二级水要求。

4.1 硫酸(H_2SO_4):优级纯,纯度 $\geq 98\%$,密封完好。

4.2 水合茚三酮($\text{C}_9\text{H}_6\text{O}_4$)。

4.3 亚硫酸氢钠(NaHSO_3)。

4.4 亚硫酸氢钠溶液(5%):称取 5.0 g 亚硫酸氢钠,溶于 95.0 mL 无二氧化碳水(95.0 g)中,混合均匀,保存备用。

4.5 水合茚三酮溶液(3%):称取水合茚三酮(4.2)3.0 g,溶于 5% 亚硫酸氢钠溶液(4.4)中,定容至 100 mL,混合均匀,避光保存,现配现用。

4.6 1,2-丙二醇标准品($\text{C}_3\text{H}_8\text{O}_2$, CAS 号:57-55-6):纯度 $\geq 99\%$,或经国家认证并授予标准物质证书的标准物质。

4.7 硫酸溶液: $c(1/2 \text{H}_2\text{SO}_4) = 1.0 \text{ mol/L}$,按照 GB/T 601 中规定的方法配制,无需标定。

5 仪器

5.1 分析天平:精确至 0.000 1 g。

- 5.2 移液管:1.00 mL、2.00 mL、5.00 mL,或者量程为 0 μ L~1 000 μ L、1 000 μ L~5 000 μ L 的移液枪。
- 5.3 容量瓶:容量 100 mL。
- 5.4 刻度具塞试管:容量 25 mL。
- 5.5 可见分光光度计:波长范围 390 nm~780 nm,并配有 1.0 cm 比色皿。
- 5.6 可控温水浴锅。

6 操作方法

6.1 标准溶液的配制

6.1.1 1,2-丙二醇标准储备溶液(1.00 mg/mL):准确称取 1,2-丙二醇标准品(4.6)0.1 g(精准至 0.000 1 g),用水溶解并转移至 100 mL 容量瓶中,定容至刻度,配制浓度为 1.00 mg/mL 的标准储备溶液。

6.1.2 1,2-丙二醇标准系列工作溶液:分别准确吸取 1,2-丙二醇标准储备溶液 1.00 mL、2.00 mL、3.00 mL、4.00 mL、5.00 mL 于一组 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,配制浓度分别为 10.0 μ g/mL、20.0 μ g/mL、30.0 μ g/mL、40.0 μ g/mL 和 50.0 μ g/mL 的 1,2-丙二醇标准系列溶液。临用时配制。

6.2 样品溶液的配制

称取 0.05 g~0.10 g 试样,精确至 0.000 1 g,置于 100 mL 容量瓶中,加入硫酸溶液(4.7)25 mL。于沸水浴中加热至试样溶解,冷却后用水稀释至 100 mL。必要时可进一步稀释,以保证每 100 mL 中样品溶液中所含的羟丙基不超过 4 mg,然后按相同比例稀释空白淀粉。

注 1: 样品沸水浴时注意防止容量瓶盖弹出,样品溶解后为澄清透明的溶液,如有浑浊或者容量瓶壁上粘有淀粉,轻轻摇匀液体再进行沸水浴溶解。

注 2: 空白淀粉是指通过物理方法提取且未经改性的淀粉,优先选择样品相对应的通过物理方法提取且未经改性的淀粉。

6.3 测定

6.3.1 取标准系列工作溶液(6.1.2)各 1 mL,分别移入 25 mL 具塞刻度试管内,将试管置于冰水浴中,准确缓慢并滴加硫酸(4.1)8 mL,混匀后将试管置于沸水浴内准确加热 3 min,立即将试管移入冰水浴中降温。沿试管壁小心加入水合茚三酮溶液(4.5)0.60 mL,立即摇匀,于 25 $^{\circ}$ C 水浴中保持 100 min。用硫酸(4.1)定容至各试管内的体积至 25 mL,倒转试管数次以混匀(不得摇动),静置 5 min 后,立即将部分溶液移入分光光度计 1 cm 比色池内,在 590 nm 处测定吸光值,根据吸光值绘制标准曲线。

注 1: 滴加硫酸 8 mL,准确计量体积并缓慢加入;第一次加 8 mL 硫酸的作用是使丙二醇脱水生成丙醛和丙烯醇,控制滴加速度,并不时混匀,防止副反应的发生。

注 2: 用硫酸定容至各试管内的体积至 25 mL,此时硫酸沿管壁加入,倒转试管进行混匀,以防破坏丙醛和丙烯醇与茚三酮形成的络合物。

注 3: 硫酸用后需及时密封,以防纯度变化影响测定数值。

注 4: “沸水浴内准确加热 3 min”,沸水浴时间严格把控,保证加热均匀;如有多个样品或者平行,保证每个试管沸水浴时间为 3 min。沸水浴结束后立即放入冰水浴中,冷却后再进行下一步操作。

注 5: 将试管转移至冰水浴中降温时,需注意温度的变化,防止试管爆裂,采用流水降温后放入冰水浴中。

6.3.2 吸取样品溶液(6.2)1 mL,移入 25 mL 具塞刻度试管内,按照标准溶液的测定过程(6.3.1)进行后续操作,以空白淀粉液作为参比,测定吸光值,根据标准曲线换算得到样品中丙二醇的含量。

7 结果计算

羟丙基的质量分数 w_0 ,按公式(1)计算:

$$w_0 = \frac{c \times 0.7763 \times f}{m \times 1000} \times 100\% \quad \dots\dots\dots(1)$$

式中：

c ——从标准曲线中换算得到的样品溶液中丙二醇含量,单位为微克每毫升($\mu\text{g}/\text{mL}$);

0.7763 ——丙二醇含量转化为羟丙基含量的转化系数;

f ——稀释后的体积,单位为毫升(mL);

m ——试样质量,单位为毫克(mg);

1000 ——换算因子。

最终结果保留两位小数。

8 精密度

在重复性条件下获得的两次独立测定结果的绝对差值不得超过算术平均值的 10%。
