

DB63

青 海 省 地 方 标 准

DB 63/ T —2017

青稞中直链淀粉和支链淀粉含量的测定

Determination of amylose and amylopectin content in hullessbarley

点击此处添加与国际标准一致性程度的标识

(征求意见稿)

(本稿完成日期: 2017. 10. 25)

2017 - XX - XX 发布

2017 - XX - XX 实施

青海省质量技术监督局

发布

目 次

前言	II
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 仪器和设备	2
7 分析步骤	2
8 结果的计算	3
9 结果表示	3
10 精密度	4

前 言

本标准依据GB/T 1.1-2009《标准化工作导则第1部分：标准的结构和编写》给出的规则起草。

本标准由中国科学院西北高原生物研究所提出并归口。

本标准起草单位：中国科学院西北高原生物研究所、青海省水文地质工程地质环境地质调查院。

本标准主要起草人：谭亮、胡风祖、李玉林、董琦、周蔚、杨生豪、杨生鸿。

青稞中直链淀粉和支链淀粉含量的测定

1 范围

本标准规定了青稞中直链淀粉和支链淀粉含量的测定——分光光度法的术语和定义、原理、试剂和材料、仪器和设备、分析步骤、结果计算、结果表示和精密度。

本标准适用于青稞中含量大于4.0 %的直链淀粉和含量大于10.0 %的支链淀粉的测定。

青海地区其他粮食作物，包括麦类粮食（小麦、燕麦）、粗粮类粮食（藜麦、玉米）、豆类粮食（蚕豆、豌豆）、薯类粮食（马铃薯）中直链淀粉和支链淀粉的测定也适用本标准中的测定方法。

2 规范性引用文件

下列文件对于本文件的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件，仅所注日期的版本适用于本文件。凡是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 21305 谷物及谷物制品水分的测定 常规法

GB/T 20264 粮食、油料水分两次烘干测定法

3 术语和定义

下列术语和定义适用于本文件。

3.1

直链淀粉 amylose

淀粉中的多聚糖成分，其葡萄糖单元（D-葡萄糖基）主要以直链状结构 α -(1,4)糖苷键连接成的大分子。

3.2

支链淀粉 amylopectin

淀粉中的多聚糖成分，其葡萄糖单元（D-葡萄糖基）主要以支链状结构 α -(1,6)糖苷键连接成的大分子。

4 原理

直链淀粉和支链淀粉与碘试剂作用分别产生纯蓝色和紫红色复合物，在测定波长和参比波长分别在563 nm和511 nm处测定直链淀粉显色复合物的吸光度值，在测定波长和参比波长分别为542 nm和722 nm处测定支链淀粉显色复合物的吸光度值，其各自的两个波长的吸光度差值与该溶质浓度成正比。

5 试剂和材料

除非另有说明，本方法所用试剂均为分析纯，蒸馏水为GB/T 6682中规定的三级水。

5.1 试剂

5.1.1 氢氧化钠 (NaOH)。

5.1.2 冰乙酸 (CH₃COOH)。

5.1.3 碘化钾 (KI)。

5.1.4 碘 (I₂)。

5.1.5 无水乙醇 (C₂H₆O)。

5.2 标准品

5.2.1 直链淀粉标准品：纯度≥98 %。

5.2.2 支链淀粉标准品：纯度≥98 %。

5.3 试剂配制

5.3.1 1 mol/L 氢氧化钠溶液：准确称取 40.000 g±0.100 g 氢氧化钠固体 (5.1.1)，加蒸馏水溶解，转移、洗涤并稀释至 1000 mL，混匀。

5.3.2 1 mol/L 冰乙酸溶液：移取 57.3 mL 冰乙酸 (5.1.2) 加蒸馏水稀释至 1000 mL，混匀。

5.3.3 碘试剂：称取 2.000 g±0.005 g 碘化钾 (5.1.3)，加适量蒸馏水以形成饱和溶液，再加入 0.200 g±0.001 g 碘 (5.1.4)，待碘全部溶解后用蒸馏水稀释至 100 mL，摇匀。现配现用，避光保存。

5.4 标准溶液配制

5.4.1 直链淀粉标准溶液 (1.0 mg/mL)：称取 50.0 mg 直链淀粉标准品 (5.2.1)，准确至±0.1 mg，置于 50 mL 容量瓶中，加入 10 mL 1 mol/L 氢氧化钠溶液 (5.3.1)，置沸水浴中溶解分散后，取出，冷却至室温，加蒸馏水稀释至刻度，摇匀。

5.4.2 支链淀粉标准溶液 (1.0 mg/mL)：称取 50.0 mg 支链淀粉标准品 (5.2.2)，准确至±0.1 mg，按“5.4.1”项下操作方法制备支链淀粉标准溶液。

6 仪器和设备

6.1 分析天平：感量为±0.0001 g 和±0.001 g。

6.2 分光光度仪：具有 1 cm 比色皿，可在 400~900 nm 范围内测量吸光度。

6.3 pH 计：精度为 0.01。

6.4 涡旋混合器：转速 2800 转/分。

6.5 水浴锅。

6.6 粉碎机：可将青稞粉碎并通过 250 μm (60 目) 筛。

6.7 容量瓶：25 mL。

7 分析步骤

7.1 样品溶液的制备

称取 50~100 mg (准确至±1 mg) 已粉碎过 60 目筛的青稞样品，置于 25 mL 容量瓶中，加入 0.5 mL 无水乙醇 (5.1.5)，涡旋以润湿样品。加入 2 mL 1 mol/L 氢氧化钠溶液 (5.1.1)，涡旋混匀，置沸水

浴中加热10 min, 加热期间每隔2 min取出涡旋分散样品并继续置沸水浴中加热。冷却至室温, 加蒸馏水稀释至刻度, 摇匀, 过滤备用。

7.2 双波长直链淀粉和支链淀粉标准曲线的绘制

7.2.1 双波长直链淀粉标准曲线

准确移取上述直链淀粉标准溶液0、0.2、0.3、0.4、0.5、0.6 mL分别置于25 mL容量瓶中, 加15 mL蒸馏水, 以1 mol/L冰乙酸溶液(5.3.2)调节pH为3.5(加入0.45 mL), 加入0.25 mL碘试剂(5.3.3), 继续加蒸馏水稀释至刻度, 摇匀。静置15 min后, 用1 cm比色皿, 分别在563 nm、511 nm两波长处测定吸光度, 以两吸光度差值为纵坐标, 直链淀粉质量(mg)为横坐标, 绘制双波长直链淀粉标准曲线。

7.2.2 双波长支链淀粉标准曲线

准确移取上述支链淀粉标准溶液0、0.5、1.0、1.5、2.0、3.0 mL分别置于25 mL容量瓶中, 以下按“7.2.1”项下操作方法操作, 分别在542 nm、722 nm两波长下测定吸光度, 以两吸光度差值为纵坐标, 支链淀粉质量(mg)为横坐标, 绘制双波长支链淀粉标准曲线。

7.3 测定

准确移取两份“7.1”项下制备的样品溶液各1.0 mL分别置于25 mL容量瓶中(一份作为样品空白对照液, 另一份作为样品测定液), 加15 mL蒸馏水, 以1 mol/L冰乙酸溶液(5.3.2)调节pH为3.5(加入0.45 mL)。在样品测定液中加入0.25 mL碘试剂(5.3.3), 样品空白对照液中不加碘试剂, 均加蒸馏水稀释至刻度, 摇匀。静置15 min后, 分别在563 nm、511 nm、542 nm、722 nm波长处测定吸光度, 并分别在直链淀粉和支链淀粉标准曲线上求得相应两吸光度差值所对应的淀粉质量(mg), 即可计算出青稞样品中直链淀粉和支链淀粉含量, 二者之和即为总淀粉含量。

8 结果的计算

直链淀粉、支链淀粉和总淀粉的含量(以干基计)的质量分数 ω , 分别按式(1)~(3)计算:

$$\omega_1 = \frac{m_1 \times V}{V_1 \times m(1 - w_m)} \times 100 \dots \dots \dots (1)$$

$$\omega_2 = \frac{m_2 \times V}{V_2 \times m(1 - w_m)} \times 100 \dots \dots \dots (2)$$

$$\omega = \omega_1 + \omega_2 \dots \dots \dots (3)$$

式中:

- ω_1 ——青稞中直链淀粉(以干基计)的含量, 单位为克每百克(g/100g);
- ω_2 ——青稞中支链淀粉(以干基计)的含量, 单位为克每百克(g/100g);
- ω ——青稞中总淀粉(以干基计)的含量, 单位为克每百克(g/100g);
- m_1 ——查双波长直链淀粉标准曲线得供试品溶液中直链淀粉含量, 单位为毫克(mg);
- m_2 ——查双波长支链淀粉标准曲线得供试品溶液中支链淀粉含量, 单位为毫克(mg);
- V_1 、 V_2 ——移取制备供试品溶液体积, 单位为毫升(mL);
- V ——样品显色定容总体积, 单位为毫升(mL);
- m ——试样的质量, 单位为毫克(mg);

w_m ——试样的含水量，%。

9 结果表示

将测得样品溶液的吸光度值代入标准曲线方程得到测试结果。每个样品取两个平行样进行测定，以其算术平均值作为测定结果，结果保留小数点后1位。

10 精密度

在重复条件下两次独立测定结果的绝对差值不得超过算术平均值的5 %。
