

中华人民共和国国家标准

GB/T 10361—202X
代替 GB/T 10361-2008

小麦、黑麦及其面粉和杜伦麦及其粗粒粉 降落数值的测定 Hagberg-Perten 法

Wheat, rye and their flours, durum wheat and durum wheat semolina-Determination
of the falling number according to Hagberg-Peren

(ISO 3093: 2009, MOD)

(征求意见稿)

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

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。

本文件按照 GB/T 1.2-2020《标准化工作导则 第2部分：以 ISO/IEC 标准化文件为基础的标准化文件起草规则》起草；

本文件修改采用 ISO 3093:2009《小麦、黑麦及其面粉，杜伦麦及其粗粒粉—根据 Hagberg-Perten 的降落数值测定方法》（英文版）。

本文件与 ISO 3093:2009 的主要差异如下：

- 删除国际标准的封面、目次、前言和引言；
 - 将“本国际标准”改为“本文件”；
 - 用小黑点“.”代替原文中作为小数点的“，”；
 - 在“1 范围”增加不适用海拔高度；
 - 在“2 规范性引用文件”中增加“GB/T 6003.1 金属丝编织网试验筛”和“GB/T 6005 试验筛金属丝编织网、穿孔板和电成型薄板筛孔的基本尺寸”，用“GB/T 6682 分析实验室用水规格要求”代替“ISO 3696 分析实验室用水规格要求”（GB/T 6682-2008，MOD ISO 3696:1987），用“GB 5009.3 食品安全国家标准 食品中水分的测定”代替“ISO 712 谷物及谷物制品水分的测定 常规法”；
 - 删除注脚 1、注脚 2 和注脚 3。
 - 修改了附录 A，原降落数值按海拔高度校正的公式存在错误；
- 为了便于使用，本文件进行了下列编辑性修改：
- 在“9.2 称样”中增加样品称样量计算公式；
 - 删除 6.2 中自动加液器式移液管后的“ISO 8655-2^[4]”限制。

本文件代替 GB/T 10361-2008《小麦、黑麦及其面粉，杜伦麦及其粗粒粉降落数值的测定 Hagberg-Perten 法》，与 GB/T 10361-2008 相比，除结构调整和编辑性改动外，主要技术变化如下：

- 增加了不适用海拔高度（见第 1 章）；
- 修改了 GB/T 6003（ISO 3310）的引用范围（见第 2 章，2008 年版的第 2 章）；
- 用 GB 5009.3 代替 GB/T 21305（见第 2 章，2008 年版的第 2 章）；
- 增加了 3.1 中的注 2：降落数值以秒计（见第 3 章 3.1）；
- 增加了样品称样量计算公式（见第 9 章 9.2）；
- 修改了降落数值和液化值的表示方法为 t 和 L （见 9.4.2，2008 年版的 9.4.2）；
- 修改了附录 A 中 A.1 和 A.2 的公式（见附录 A，2008 年版的附录 A）；
- 修改了附录 B 中 B.1 和 B.2 再现性和重复性等式的相关系数表示方法（见附录 B，2008 年版的附录 B）；
- 修改了附录 B 中表 B.2 中样品 1 的数据（见附录 B，2008 年版的附录 B）；
- 删除了脚注（见 2008 年版的脚注）；
- 增加了参考文献 ISO 8655-2、ISO 565，删除了参考文献中 ISO 7973（见参考文献，2008 年版的参考文献）；

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：国家粮食和物资储备局科学研究院、上海嘉定粮油仪器有限公司、青海省粮油检测防治所、内蒙古自治区粮油标准质量监测中心、滨州中裕食品有限公司。

本文件主要起草人：田晓红、谭斌、刘明、莊建、刘艳香、高琨、陈园、姜平、张笃芹、李沛青、邱庆丰、孟凡福。

本标准及其所代替文件的历次版本发布情况为：

- GB/T 10361-1989；
- GB/T 10361-2008；
- 本次为第二次修订。

小麦、黑麦及其面粉和杜伦麦及其粗粒粉 降落数值的测定

Hagberg-Perten 法

1 范围

本文件规定了采用降落数值法对谷物中 α -淀粉酶的活性进行测定的方法。

本文件适用于谷物，特别适用于小麦、黑麦及其面粉，杜伦麦及其粗粒粉。本文件中规定了全杜伦麦粗粒粉和全麦粉的粒度。

本文件不适用于低 α -淀粉酶活性的测定。

本文件不适用于海拔高度在 2500 米以上的地区。

通过将降落数值换算为液化值 (LN)，可推算生产对降落数值有要求的产品所需的谷物、面粉或粗粒粉的混合物组成。

2 规范性引用文件

下列文件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 5009.3 食品安全国家标准 食品中水分的测定

GB/T 6003.1 试验筛 技术要求和检验 第1部分：金属丝编织网试验筛

GB/T 6005 试验筛 金属丝编织网、穿孔板和电成型薄板 筛孔的基本尺寸

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

降落数值 falling number

FN

t

在粘度管中面粉或粗粒粉与水的混合物加热得到糊状物，糊化物在 α -淀粉酶作用下发生液化。使搅拌器通过该糊状物，测定其通过特定距离的时间即为降落数值。

注 1：时间是从粘度管浸入到水浴中开始计算的。

注 2：降落数值以秒计。

3.2

液化值 liquefaction number

LN

$^{\circ}L$

经简单计算将降落数值 (FN) (3.1) 转换的值，用于生产降落数值有要求的产品时，推算所需的

谷物面粉或粗粒粉的混合物组成。

注：与降落数值不同，液化值（LN）的数值是可以加和的。

4 原理

面粉、粗粒粉和全麦粉的悬浮液在沸水浴中被迅速糊化，因糊化物中 α -淀粉酶活性的不同而使其中的淀粉不同程度的被液化，液化程度不同，粘度搅拌器在糊化物中降落特定距离所需要的时间即不同。因此，降落数值的高低表明了相应的 α -淀粉酶活性的差异。降落数值高表明 α -淀粉酶的活性低，反之则表明 α -淀粉酶活性高。

5 试剂

蒸馏水或去离子水，应符合 GB/T 6682 中三级水的要求。

6 仪器

实验室常规仪器，特别是以下仪器设备：

6.1 降落数值测定仪，包含以下部件：

6.1.1 水浴装置：由整体加热单元、冷却系统和水位指示器组成。

6.1.2 电子计时器，单位为秒。

6.1.3 粘度搅拌器：金属制，应能在硬橡胶塞内上下转动自如，它的杆应是直的，搅拌器轮没有变形和磨损。

6.1.4 精制粘度管：由特种玻璃制成，尺寸如下：

——内径为 $21.00\text{mm}\pm 0.02\text{mm}$ ；

——外径为 $23.80\text{mm}\pm 0.25\text{mm}$ ；

——内高为 $220.0\text{mm}\pm 0.3\text{mm}$ 。

6.1.5 橡胶塞：与粘度管配合。

6.2 自动加液器式移液管：容量为 $25.0\text{ml}\pm 0.2\text{ml}$ 。

6.3 分析天平：分度值 0.01g

6.4 实验磨：锤式，配有孔径为 0.8mm ，使粉碎样品满足 8.1.3 中规定的粒度要求。应使用混合好的谷物样品（如 8.1.2 中的样品）定期检查实验磨的性能。

实验磨可安装自动加料装置，特别是在研磨高水分小麦样品时。

6.5 检验筛，孔径 $800\mu\text{m}$ ，应符合 GB/T 6005 和 GB/T 6003.1 的规定。

7 扦样

扦样不是本标准规定的内容，宜采用国家相关标准或者 ISO 13690。

实验室收到的样品应具有代表性，在运输或储存过程中不应损坏或改变。

实验室中样品的储藏时间和储存条件可对降落数值有重要影响。

8 试样制备

8.1 整粒谷物

8.1.1 除杂

从实验室样品中分取 300g 有代表性的样品，清除样品中的杂质（例如：砂石、尘土、皮壳和其他谷物）。

约 200g 的小样量，可提供较少的可重复性结果，一般用于常规检验；如果样品少于 200g，则结果有出错的风险。

8.1.2 粉碎样品

向实验磨中进料要小心，以防止过载或过热，进料可通过自动加料装置自动控制。当全部样品进入到实验磨中后继续研磨 30s~40s。研磨后若残留在磨膛中的麸皮颗粒不超过总质量的 1%，则可舍弃这些麸皮。所有的粉碎样品在使用前要充分混合。

在进行测试前可将粉碎后的样品（特别是在连续粉碎的情况下）在室温下冷却 1h 以上。

8.1.3 全麦粉粒度

警示：全麦粉的颗粒大小对降落数值有影响。

粉碎后的样品应符合表 1 的粒度大小分布要求。

表 1 全麦粉粒度分布要求

筛孔尺寸/ μm	筛下物/%
700 (CQ10)	100
500 (CQ14)	95~100
210~200 (CQ30)	≤ 80

要定期对粉碎样品（8.1.2）的粒度大小分布进行检验。

粒度大小分布可用下述方法检验。按照表 1 的规定，选择合适的样品筛，依筛孔尺寸逐级减小的原则从上到下放置样品筛，最下层为接筛底。称取具有代表性的样品 50 g，放入最上层的筛子。以水平方向筛动，手工筛理，筛理时间不少于 5 min，若电动筛理，则筛理时间不少于 10 min，筛理至无样品通过筛层。称量存留在每个筛面上的样品质量，计算通过每个筛面的样品的百分数。

8.2 面粉和粗粒粉样品

面粉中不应含有团块，如有团块，可用检验筛（6.5）筛除面粉中的团块和其他杂质。

对于市售的全麦粉或粗粒小麦粉，为了制备符合表 1 中粒度大小分布要求的测试样品，可将样品用实验磨（6.4）研磨，在使用前将研磨后的所有样品完全混合。

9 操作步骤

9.1 水分测定

降落数值法的测定是基于小麦粉或其他粉碎样品中含有 15% 的水分含量。

按 GB 5009.3 测定试验样品的水分含量，也可使用经 GB 5009.3 校准过的快速仪器法（例如：近红外反射法）。

9.2 称样

同时测定两份样品，或者测完一份立即测定另外一份。

为确保测定降落数值的样品具有相同的干物质，不同水分含量的样品所要称取的样品量见表 2 第 2 列和第 5 列。样品水分含量<9.0%或>18.0%，应按照式（1）（相当于含水量 15%时的 7g 试样量）计算样品称样量。

$$\frac{7 \times (1 - 15\%)}{7 \times 15\% + 25} = \frac{a \times (1 - w)}{a \times w + 25} \quad (1)$$

式中：

a ——样品称样量；

w ——样品含水量；

如果区别较高 α -淀粉酶活性的样品（如黑麦）的降落数值差异，可根据表 2 第 3 列来称取相应的样品量。

称量精确到 0.05g。

表 2 称样量与水分含量的关系

水分 含量 %	称样量, g		水分 含量 %	称样量, g	
	相当于含水量 15% 时的 7g 试样量	相当于含水量 15% 时的 9g 试样量		相当于含水量 15% 时的 7g 试样量	相当于含水量 15% 时的 9g 试样量
(1)	(2)	(3)	(1)	(2)	(3)
9.0	6.60	8.20	13.6	6.85	8.80
9.2	6.45	8.25	13.8	6.90	8.85
9.4	6.45	8.25	14.0	6.90	8.85
9.6	6.45	8.30	14.2	6.90	8.90
9.8	6.50	8.30	14.4	6.95	8.90
10.0	6.50	8.35	14.6	6.95	8.95
10.2	6.55	8.35	14.8	7.00	8.95
10.4	6.55	8.40	15.0	7.00	9.00
10.6	6.55	8.40	15.2	7.00	9.05
10.8	6.60	8.45	15.4	7.05	9.05
11.0	6.60	8.45	15.6	7.05	9.10
11.2	6.60	8.50	15.8	7.10	9.10
11.4	6.65	8.50	16.0	7.10	9.15
11.6	6.65	8.55	16.2	7.15	9.20
11.8	6.70	8.55	16.4	7.15	9.20
12.0	6.70	8.60	16.6	7.15	9.25
12.2	6.70	8.60	16.8	7.20	9.25
12.4	6.75	8.65	17.0	7.20	9.30
12.6	6.75	8.65	17.2	7.25	9.35
12.8	6.80	8.70	17.4	7.25	9.35
13.0	6.80	8.70	17.6	7.30	9.40
13.2	6.80	8.75	17.8	7.30	9.40
13.4	6.85	8.80	18.0	7.30	9.45

9.3 降落数值测定

9.3.1 向水浴装置(6.1.1)内加水至标定的溢出线。开启冷却系统,确保冷水流过冷却盖。打开降落数值测定仪的电源开关,加热水浴,直至水沸腾。在测定前和整个测定过程中要保证水浴剧烈沸腾。

9.3.2 将称量好的试样(9.2)移入干燥、洁净的粘度管(6.1.4)内。用自动加液器(6.2)加入 $25\text{mL} \pm 0.2\text{mL}$ 温度为 $22^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$ 的水(5.1)。

9.3.3 立即盖紧橡胶塞(6.1.5),上下振摇20次~30次,得到均匀的悬浮液,确保粘度管靠近橡胶塞的地方没有干的面粉或粉碎的物料。如有干粉,稍微向上移动橡胶塞,重新摇动。

9.3.4 拔出橡胶塞(6.1.5),将残留在橡胶塞底部的所有残留物都刮入粘度管(6.1.4)中,使用粘度搅拌器(6.1.3)将附着在试管壁的所有残留物都刮进悬浮液中,将粘度搅拌器放入粘度管。双试管的仪器,应于30秒内完成9.3.2~9.3.4的操作,然后同时进行两个粘度管的测试。

9.3.5 立即把带粘度搅拌器(6.1.3)的粘度管(6.1.4)通过冷却盖上的孔放入沸水浴中,按照仪器说明书的要求,开启搅拌头(单头或双头),仪器将自动进行操作并完成测试。当粘度搅拌器到达凝胶悬浮液的底部测定全部结束。记录自动计时器(6.1.2)上显示的时间,此时间即为降落数值(FN)。

9.3.6 转动搅拌头或按压“停止”键,缩回搅拌头,小心地将热粘度管连同搅拌器从沸水浴中取出。彻底清洗粘度管和搅拌器并使其干燥,保证橡胶塞顶部的凹窝里没有残留物质,否则会影响粘度搅拌器的下降,同时保证粘度搅拌器在下次使用时是干燥的。

9.4 结果计算

9.4.1 降落数值(FN)

降落数值受水的沸点影响,而水的沸点和实验室的大气压和海拔高度相关。因此,未校准水的沸点会导致错误的结果。

实验室位于海拔600 m以下,全麦粉样品降落数值不需校正,海拔750m以下,小麦粉或粗粒小麦粉样品的降落数值测定结果不需要校正。

若实验室的海拔高度在上述海拔以上,应根据样品类型选择附录A中适合的校正公式进行计算,以得到正确的降落数值结果。

如果测定结果的重复性和再现性满足表3和表4的要求,则两个测定结果的算术平均值作为最终测定结果。

9.4.2 液化数值

降落数值FNs和 α -淀粉酶活性之间不呈线性关系,因此降落数值FNs不能用来计算谷物、小麦粉和粗粒粉混合物的成分。用式(3)将降落数值(FN)换算为液化数值(LN, nL),非线性关系可以转变成线性关系,就可以计算谷物、小麦粉和粗粒粉混合物的理论降落数值。

$${}^nL = \frac{6000}{t - 50} \quad (3)$$

式中:

t ——降落数值;

6000——为常数;

50——常数,单位为秒,是淀粉完全凝胶成易被酶分解的样品所需要的估计时间。

市售面粉的液化数值与 α -淀粉酶活性在常规范围内是成正比的。

10 精度

10.1 实验室间的测试

附录 B 汇总了本方法的精密度的实验室内测试情况，从这些测试中得到数值可能不适用于其他含量范围或其他测试对象。

10.2 重复性

在同一实验室，由同一操作者使用相同设备，按相同的测试方法，并在短时间内对同一被测对象相互独立测试获得的两次独立测试结果的绝对差值大于表 3 和表 4 所示重复性限值(r)的情况不超过 5%。

如果两个测试的结果超过限定值，应再进行两次测试。

10.3 再现性

在不同实验室，由不同操作者使用不同设备，按相同的测试方法，对同一被测对象相互独立进行测试获得的两次独立测试结果的绝对差值大于表 3 和表 4 所示再现性限值 (R) 的情况不超过 5%。

表 3 进行小麦粉测定时的重复性限和再现性限（来自表 B.1 推论）

单位为秒

降落数值	重复性限 r	再现性限 R
60~199	5	10
200~229	9	24
230~259	12	27
260~289	15	30
290~319	19	33
320~349	22	36
350~379	25	39
380~409	28	42
410~439	31	45
440~469	35	48
470~499	38	51
≥500	40	60

表 4 进行全麦粉测定时的重复性限和再现性限（来自表 B.2 推论）

单位为秒

降落数值	重复性限 r	再现性限 R
60~79	10	10
80~109	13	21
110~139	15	30
140~169	17	38
170~199	19	46
200~229	21	54
230~259	23	62
260~289	25	70
290~319	27	78
320~349	30	86
350~379	32	94
≥380	40	100

11 测试报告

测试报告应至少包含以下信息：

- 测试样品所需的所有相关信息；
- 若已知扦样方法，则注明；
- 本标准所涉及的测定方法，尤其是测试样品的质量；
- 本标准中没有具体说明的，或者被认为是可选性的，以及所有可能影响了测试结果的操作细节；
- 得到的实验结果，是否对海拔高度做过任何校正；
- 测定结果，如果进行了重复性试验，则列出最终结果。

附录 A

(规范性)

降落数值按海拔高度校正的公式

A.1 全麦粉样品

实验室位于海拔600米以上，该处水浴的沸点低于98 °C，可用以下的公式校正降落数值 (F_n)：

$$t_0 = 10^{X_1} \quad (\text{A.1})$$

式中：

$$X_1 = (1.0 \times \lg t_H) - (5.35082 \times 10^{-4} \times H) + (2.8371 \times 10^{-7} \times H^2) + (1.88658 \times 10^{-4} \times \lg t_H \times H) - (1.1509 \times 10^{-7} \times \lg t_H \times H^2)$$

t_0 ——根据海平面值计算的降落数值；

t_H ——在给定的海拔高度所测定的原始降落数值。

H ——实验室的海拔高度，以米计。

A.2 面粉和粗粒小麦粉

实验室位于海拔750米以上，此时水浴的沸点低于98 °C，可用式 (A.2) 校正降落数值 (F_n)：

$$t_0 = -849.41 + (4.58112 \times 10^{-5} \times H^2) + (454.19 \times \lg t_H) - (2.2916 \times 10^{-5} \times \lg t_H \times H^2) \quad (\text{A.2})$$

式中：

t_0 ——根据海平面值计算的降落数值；

t_H ——在给定的海拔高度所测定的原始降落数值。

H ——实验室的海拔高度，以米计。

用A.1和A.2所给的公式计算的降落数值可用一个换算表表示，在换算表中有实际的海拔高度和降落数值，通过查表，得到校正后的降落数值。

附 录 B
(资料性)
实验室间的测定结果

B.1 小麦粉

由国际谷物科学与技术协会在 11 个实验室（剔除错误结果后保留 10 个）对 10 个样品进行测试，所得出的统计结果（根据 ICC 107/1 的评估）如表 B.1 所示。

表 B.1 小麦粉的降落数值数据

单位为秒

项目	样品									
	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10
平均值	210.6	218.6	244.5	263.9	296.5	333.5	373.9	408.3	457.2	485.9
重复性标准偏差, s_r	4.51	4.22	5.03	4.73	5.28	6.74	8.31	10.96	10.88	16.70
相对重复性标准偏差/%	2.14	1.93	2.06	1.79	1.78	2.02	2.22	2.68	2.38	3.44
重复性限, $r(2.8s_r)$	12.63	11.82	14.08	13.25	14.79	18.88	23.27	30.70	30.48	46.76
再现性标准偏差, s_R	5.66	9.12	10.21	8.20	14.98	16.00	13.23	17.82	13.81	18.89
相对再现性标准偏差/%	2.69	4.17	4.18	3.11	5.05	4.80	3.54	4.37	3.02	3.89
再现性限, $R(2.8s_R)$	15.84	25.53	28.59	22.97	41.94	44.82	37.04	49.91	38.67	52.90

相对重复性标准偏差小于或等于 3.44%；

相对再现性标准偏差小于或等于 5.05%。

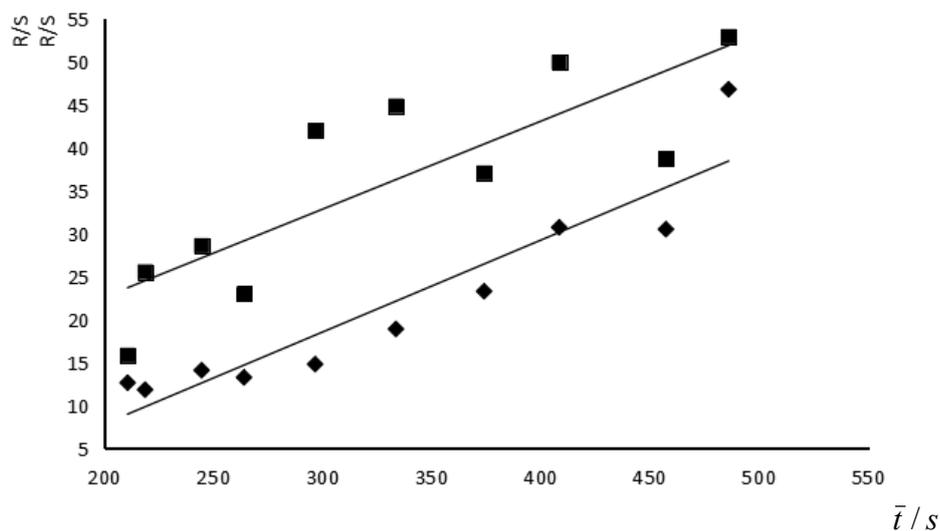


图 B.1 小麦粉的重复性和再现性曲线图

\bar{t} ：平均降落数值。

R ：再现性限。

r ：重复性限。

再现性: $R=0.1025\bar{t}+2.103$

$$r\frac{2}{tR}=0.689$$

式中: r —是再现性等式的相关系数

重复性公式: $r=0.1069\bar{t}-13.547$

$$r\frac{2}{tr}=0.8725$$

式中: r —是重复性等式的相关系数

B.2 小麦粉

由法国行业分析研究局在 11 个实验室(剔除错误结果后保留 10 个)对 3 个小麦样品进行测试,所得出的统计(根据 ISO 5725: 1986 的评估)结果如表 B.2 所示。

表 B.2 小麦的降落数值数据

单位为秒

项目	样品		
	1	2	3
平均值	82.1	207.1	379.1
重复性标准偏差, s_r	2.5	9.5	10.7
相对重复性标准偏差/%	3	4.6	2.8
重复性限, $r(2.8s_r)$	6.9	26.9	30.3
再现性标准偏差, s_R	7.5	16.5	36.0
相对再现性标准偏差/%	9.2	8.0	9.5
再现性限, $R(2.8s_R)$	21.3	46.7	101.8

相对重复性标准偏差小于或等于 4.6%;

相对再现性标准偏差小于或等于 9.5%。

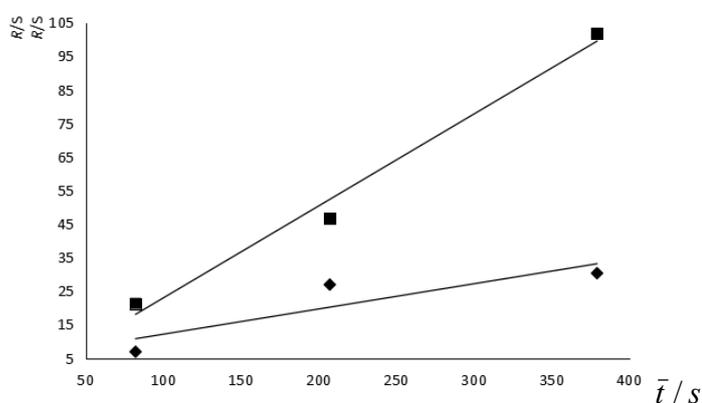


图 B.2 小麦的重复性和再现性曲线图

\bar{t} : 平均降落数值。

R : 再现性限。

r : 重复性限。

再现性公式: $R=0.274\bar{t}-4.445$

$$r\frac{2}{tR}=0.986$$

式中: r — 是再现性等式的相关系数
 tR

重复性公式: $r=0.0752\bar{t}+4.612$

$$r\frac{2}{tr}=0.7869$$

式中: r — 是重复性等式的相关系数
 tr

参考文献

- [1]ISO 565 试验筛 金属丝编织网、穿孔板和电成型薄板筛孔的基本尺寸 (Test sieves-Metal wire cloth, perforated metal plate and electroformed sheet-Nominal sizes of openings)
- [2]ISO 3310 检验筛—技术要求和测试 (Test sieves-Technical requirements and testing) ;
- [3]ISO 5725:1986 试验方法的精确性. 对实验室标准试验方法的重复性和再现性的确定 (Precision of test methods-Determination of repeatability and reproducibility for a standard test method by inter-laboratory tests)
- [4]ISO 8655-2 活塞式容量测量仪器. 第 2 部分:活塞式吸量管 (Piston-operated volumetric apparatus—Part2:Piston pipettes)¹⁾
- [5]ISO 13690 谷物及其粉碎的产品—取样 (Cereals, pulses and milled products—sampling of static batches)
- [6]ICC 107/1 根据 Hagberg-Perten 的降落数值测定法, 作为谷物和面粉中 α -淀粉酶活性水平的测定 (Determination of the “Falling Number” according to Hagberg - Perten as a Measure of the Degree of Alpha - Amylase Activity in Grain and Flour)
-

1) 被 ISO 5725-1: 1994 和 ISO 5725-2 代替