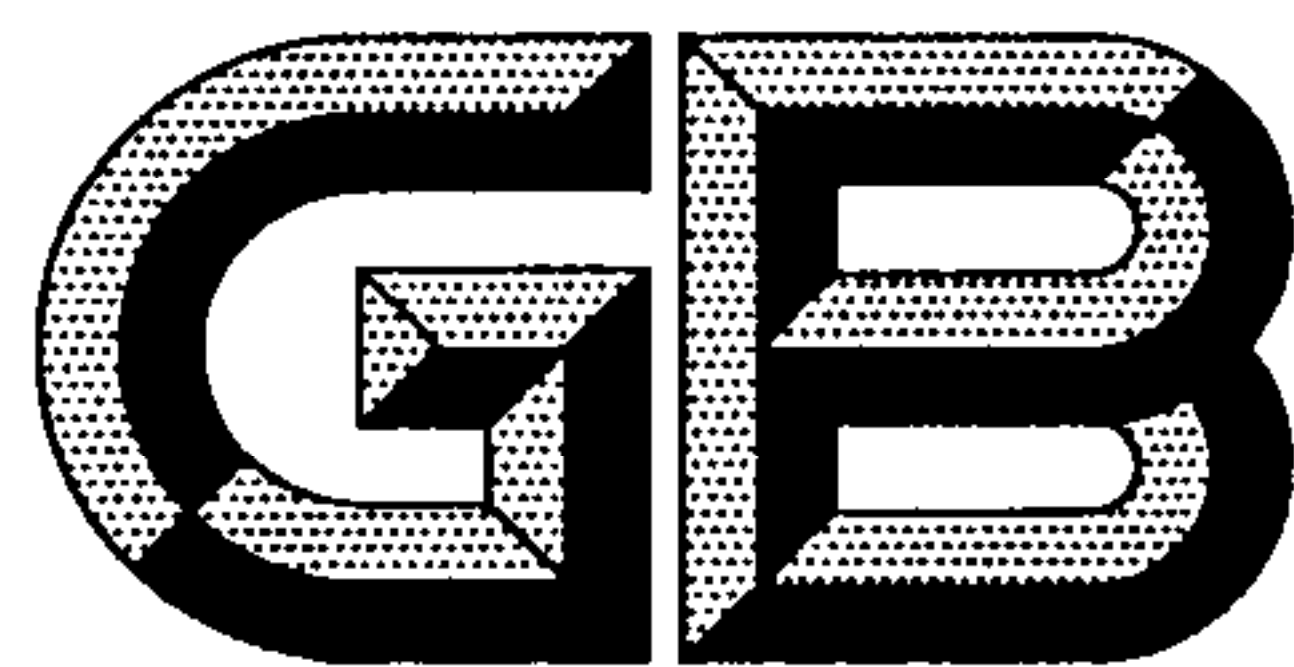




中华人民共和国国家标准

GB/T 12087—2008
代替 GB/T 12087—1989

淀粉水分测定 烘箱法

Starch—Determination of moisture content—Oven-drying method

(ISO 1666:1996, MOD)

2008-05-27 发布

2008-10-01 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

本标准修改采用 ISO 1666:1996《淀粉——水分含量测定——烘箱法》(英文版)。与 ISO 1666:1996 的差异如下:

- 增加了烘盒恒质的内容(见 6.1);
 - 原文附录 A 中小麦淀粉水分测定结果的重复性标准偏差 $S_r=0.97$ 有误,改为 $S_r=0.097$ 。
- 本标准还作了下列编辑性修改:
- 将“本国际标准”改为“本标准”;
 - 用小数点符号“.”代替英文小数点符号“,”;
 - 删除国际标准前言部分;
 - 将标准名称《淀粉——水分含量测定——烘箱法》改为《淀粉水分测定 烘箱法》。

本标准是对 GB/T 12087—1989《淀粉水分测定方法》的修订。

与 GB/T 12087—1989 相比,本标准在精密度和实验报告上作了具体要求,对常见的七种类型淀粉的重复性和再现性作了明确要求;并增加了附录 A。

本标准的附录 A 为资料性附录。

本标准由国家粮食局提出。

本标准由全国粮油标准化技术委员会归口。

本标准起草单位:国家粮食局科学研究院。

本标准主要起草人:田晓红、黄兴峰、凌家煜、孙辉、姜薇莉。

本标准历次版本的发布情况为:

- GB/T 12087—1989。

淀粉水分测定 烘箱法

1 范围

本标准规定了在常压条件下,采用烘箱在 130℃ 烘干淀粉测定水分的方法。
本标准适用于干燥的天然淀粉和变性淀粉的水分测定。
本标准不适用于某些特殊淀粉的水分测定,如含有在 130℃ 时不稳定物质的淀粉。

2 术语和定义

下列术语和定义适用于本标准。

2.1

淀粉水分 moisture content of starch
在本标准规定的测试条件下,试样损失的质量,以质量分数表示。

3 原理

将试样放在温度为 130℃~133℃ 的恒温烘箱内,于常压下烘干 90 min,测定试样损失的质量。

4 仪器

实验室常用仪器和下列仪器。

- 4.1 分析天平:感量 0.001 g。
- 4.2 烘盒:用在测试条件下不受淀粉影响的金属(例如铝)制作,并有大小合适的盒盖。其有效表面能使试样均匀分布时质量不超过 0.3 g/cm²。适宜尺寸为直径 55 mm~65 mm,高度 15 mm~30 mm,壁厚约 0.5 mm。
- 4.3 恒温烘箱:配有适当的空气循环装置的电加热器,能够使得测试样品周围的空气温度均匀保持在 130℃~133℃ 范围内。烘箱的热功率应能保证在烘箱温度调到 131℃ 时,放入最大数量的试样后,在 30 min 内烘箱温度回升到 131℃,从而保证所有的样品同时干燥。
- 4.4 干燥器:内置有效的干燥剂和一个使烘盒快速冷却的多孔厚隔板。

5 试验样品

测试样品应没有任何结块、硬块,并应充分混匀后使用。样品应放在防潮、密闭的容器内,测试样品取出后,应将剩余样品储存在相同的容器中,以备下次测试时再用。

6 分析步骤

6.1 烘盒恒质

取干净的空烘盒,放在 130℃ 烘箱(4.3)内烘 30 min~60 min,取出烘盒置于干燥器(4.4)内冷却至室温,取出称量;再烘 30 min,重复进行冷却、称量至前后两次质量差不超过 0.005 g,即为恒质(m_0)。

6.2 样品及烘盒称量

精确称取 5 g±0.25 g 充分混匀的试样,倒入恒质后的烘盒内,使试样均匀分布在盒底表面上,盖上盒盖,立即称量烘盒和试样的总质量(m_1)。在整个过程中,应尽可能减少烘盒在空气中的暴露时间。

6.3 测定

称量结束后,将盒盖打开斜靠在烘盒旁,迅速将盛有试样的烘盒和盒盖放入已预热到 130℃ 的恒温烘箱(4.3)内,当烘箱温度恢复到 130℃ 时开始计时,样品在 130℃~133℃ 的条件下烘 90 min,然后取

出,并迅速盖上盒盖,放入干燥器中,在干燥器中,烘盒不可叠放。烘盒在干燥器中冷却 30 min~45 min 至室温,然后将烘盒从干燥器内取出,在 2 min 内精确称量出样品和带盖烘盒的总质量(m_2)。
对同一样品应进行两次平行测定。

7 结果计算

按式(1)计算:

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

式中:

- X——试样水分含量,%;
- m_0 ——恒质后的空烘盒和盖的总质量,单位为克(g);
- m_1 ——干燥前带有样品的烘盒和盖的总质量,单位为克(g);
- m_2 ——干燥后带有样品的烘盒和盖的总质量,单位为克(g)。

如果两次平行测定结果的绝对差值没有超过 8.1 中给定的重复性的限度,则取两次测定结果的算术平均值为最终测定结果。

8 精密度

本测定方法的实验室间重复性的详细情况见附录 A。从实验室间所得到的测定结果,不能被用于分析除附录 A 所给的情况以外的水分范围。

8.1 重复性

在短时间内,在同一个实验室,由同一个操作者,使用相同的仪器,采用相同的测试方法,对同一份样品进行测定,获得两个独立的测定结果。这两个测定结果的绝对差值不应大于表 1 中给定的重复性限 r ,即大于表 1 中给定的重复性限 r 的事例不应超过 5%。

8.2 再现性

在不同的实验室,由不同的操作者,使用不同的仪器,采用相同的测试方法,对于同一份被测样品进行测定,获得两个独立的测定结果。这两个测定结果的绝对差值不应大于表 1 中给定的再现性限 R ,即大于表 1 中给定的再现性限 R 的事例不应超过 5%。

表 1

淀粉类型	重复性限 r /%(质量分数)	再现性限 R /%(质量分数)
小麦淀粉	0.3	0.4
玉米淀粉	0.2	0.4
高直链淀粉的淀粉	0.2	0.4
改性的糯玉米淀粉	0.2	0.4
阳离子玉米淀粉	0.1	0.5
豌豆淀粉	0.3	0.5
马铃薯淀粉	0.1	0.5

9 实验报告

- 实验报告需说明:
- 使用的方法;
 - 单次测定结果;
 - 如果进行了重复性测试,应说明得到的最终测定结果。
- 没有在本标准中说明的或是可选择的所有操作细节以及可能影响测试结果的任何意外细节也可以提及。实验报告还应该包括鉴别样品所需要的其他所有信息。

附 录 A
(资料性附录)
实验室间的测定结果

本测定结果(见表 A. 1)是 1989 年由 7 个实验室对 7 份淀粉样品(包括两份变性淀粉)进行测定的结果。

表 A. 1 实验室间的测定结果

参 数	淀粉的类型						
	小麦 淀粉	玉米 淀粉	高直链淀 粉的淀粉	变性的 糯玉米淀粉	阳离子 玉米淀粉	豌豆 淀粉	马铃薯 淀粉
剔除异常值后剩余的 实验室数目	7	7	7	7	7	7	6
剔除的实验室数目	0	0	0	0	0	0	1
采用的测试结果数	14	14	14	14	14	14	12
平均值/%(质量分数)	11.9	13.3	12.4	13.4	11.9	8.64	18.1
重复性标准偏差, s_r /%(质量分数)	0.097	0.049 6	0.059 4	0.067 8	0.035 2	0.087 9	0.028 9
重复性变异系数/%	0.812	0.373	0.480	0.506	0.296	1.02	0.159
重复性限 $r=2.8\times s_r$ /%(质量分数)	0.274	0.140	0.168	0.192	0.099 5	0.249	0.081 7
再现性标准偏差 s_R /%(质量分数)	0.134	0.133	0.114	0.123	0.157	0.172	0.087 9
再现性变异系数/%	1.12	1.00	0.928	0.916	1.32	1.99	0.486
再现性限 $R=2.8\times s_R$ /%(质量分数)	0.379	0.376	0.324	0.348	0.443	0.486	0.249