ICS 67.040
CCS B 20

NY

中华人民共和国农业行业标准

NY/T 4479—2025

谷物籽粒中直链淀粉的测定 分光光度法

Determination of amylose in grains—Spectrophotometric method

正版纸质文本
参考件

2025-01-09 发布 2025-05-01 实施

中华人民共和国农业农村部 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。

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。

本文件由农业农村部种植业管理司提出并归口。

本文件起草单位：中国农业科学院作物科学研究所、黑龙江省农业科学院农产品质量安全研究所、中国水稻研究所。

本文件主要起草人：孙丽娟、李静梅、戴常军、付金东、杜文明、张妍、方长云、吴丽、李为喜、刘丽。

纸质文本为参考件
出版社
联系电话010-59194426

谷物籽粒中直链淀粉的测定　分光光度法

1　范围

本文件描述了分光光度法测定水稻、玉米、谷子、小麦、高粱等谷物籽粒中直链淀粉含量的方法。

本文件适用于水稻、玉米、谷子、小麦、高粱等谷物籽粒直链淀粉含量的测定，其初级加工品可参照执行。

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

3　术语和定义

本文件没有需要界定的术语和定义。

4　原理

在淀粉总量不变的条件下，将直链淀粉与支链淀粉分散液按不同比例混合后，加入碘试剂生成碘-淀粉显色复合物，在波长 620 nm 处测定复合物的吸光度，其吸光度和直链淀粉浓度呈线性关系。

5　试剂与材料

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

5.2　试剂

5.2.1　氢氧化钠（NaOH，CAS 号为 1310-73-2）。

5.2.2　冰乙酸（$C_2H_4O_2$，CAS 号为 64-19-7），纯度≥95%。

5.2.3　碘（I_2，CAS 号为 7553-56-2）。

5.2.4　碘化钾（KI，CAS 号为 7681-11-0）。

5.2.5　乙醇（C_2H_5OH，CAS 号为 64-17-5），纯度≥95%。

5.2.6　石油醚（C_nH_{2n+2}，CAS 号为 8032-32-4），沸程为 60 ℃～90 ℃。

5.3　试剂配制

5.3.1　氢氧化钠溶液[c（NaOH）=1 mol/L]：称取 40.0 g 氢氧化钠，用水溶解并稀释定容至 1 000 mL。

5.3.2　氢氧化钠溶液[c（NaOH）= 0.09 mol/L]：吸取 9.0 mL 氢氧化钠溶液（5.3.1），用水定容至 100 mL，现用现配。

5.3.3　冰乙酸水溶液[c（$C_2H_4O_2$）= 1 mol/L]：量取 57.7 mL 冰乙酸，用水稀释并定容至 1 000 mL。

5.3.4　碘储备溶液：称取 2.000 g 碘和 20.000 g 碘化钾，用水溶解并稀释定容至 100 mL，避光保存。

5.3.5　碘试剂：取 10.0 mL 碘储备液（5.3.4）稀释至 100 mL，现用现配。

5.4　标准品

5.4.1　马铃薯直链淀粉：总淀粉含量≥95%，直链淀粉占总淀粉含量≥99%，最大吸收峰（λ_{max}）为 635 nm～645 nm；或经国家认证并授予标准物质证书的标准物质。

5.4.2　水稻支链淀粉：支链淀粉占总淀粉含量≥99%，λ_{max}为 515 nm～525 nm；或经国家认证并授予标

准物质证书的标准物质。

5.4.3 玉米支链淀粉：支链淀粉占总淀粉含量≥99%，λ_{max}为 530 nm～540 nm；或经国家认证并授予标准物质证书的标准物质。

5.4.4 谷子支链淀粉：支链淀粉占总淀粉含量≥99%，λ_{max}为 530 nm～540 nm；或经国家认证并授予标准物质证书的标准物质。

5.4.5 小麦支链淀粉：支链淀粉占总淀粉含量≥99%，λ_{max}为 540 nm～550 nm；或经国家认证并授予标准物质证书的标准物质。

5.4.6 高粱支链淀粉：支链淀粉占总淀粉含量≥99%，λ_{max}为 530 nm～540 nm；或经国家认证并授予标准物质证书的标准物质。

5.4.7 其他谷物支链淀粉可参照同种属标准品。

5.5 标准溶液配制

5.5.1 马铃薯直链淀粉标准溶液(1 mg/ mL)：称取烘干(55 ℃～56 ℃ 真空干燥)的马铃薯直链淀粉标准品(5.4.1)，其质量相当于含 0.100 0 g 淀粉，放入 100 mL 容量瓶中，加入 1 mL 乙醇(5.2.5)湿润样品，再加 9.0 mL 1 mol/L 氢氧化钠溶液(5.3.1)，于沸水浴分散 10 min，迅速冷却后，用水定容至 100 mL。

5.5.2 支链淀粉标准溶液(1 mg/mL)：选择与待测谷物样品相应的支链淀粉标准品，称取相当于含 0.100 0 g 粗淀粉，放入 100 mL 容量瓶中，加 1 mL 乙醇(5.2.5)湿润样品，再加 9.0 mL 1 mol/L 氢氧化钠溶液(5.3.1)，于沸水浴分散 10 min，迅速冷却后，用水定容至 100 mL。

6 仪器设备

6.1 粉碎机：实验室用旋风磨。

6.2 可见分光光度计：可在 620 nm 处测量吸光度。

6.3 分析天平：感量 0.1 g、0.000 1 g。

6.4 恒温水浴锅。

6.5 振荡器："8"字振荡器振速需达 1 000 r/min，水平振荡器振速需达 2 500 r/min，其他振荡器需满足上述要求。

6.6 真空干燥箱：控温范围 40 ℃～200 ℃。

6.7 带盖离心管 50 mL 。

6.8 容量瓶 100 mL、1 000 mL。

7 操作步骤

7.1 试样制备

7.1.1 将样品清选干净，带壳样品应脱壳；精米应为适碾及以上；高水分含量样品应干燥。样品按四分法分取约 20 g。

7.1.2 用粉碎机将样品粉碎，需 90%以上通过 0.177 mm 孔径筛(80 目)。

7.2 标准曲线

7.2.1 取 6 个 100 mL 容量瓶，分别加入 1 mg/mL 马铃薯直链淀粉标准溶液 0 mL、0.25 mL、0.50 mL、1.00 mL、1.50 mL、2.00 mL，再依次加入 1 mg/mL 支链淀粉标准溶液 5.00 mL、4.75 mL、4.50 mL、4.00 mL、3.50 mL、3.00 mL，标准溶液合计为 5 mL。

7.2.2 另取 1 个 100 mL 容量瓶，加入 0.09 mol/L 氢氧化钠溶液(5.3.2)5.00 mL 作空白。

7.2.3 以上各瓶中依次加入约 50 mL 水、1.0 mL 1mol/L 冰乙酸(5.3.3)及 1.0 mL 碘试剂(5.3.5)，用水定容至 100 mL。加入碘试剂后计时，显色 20 min 后，在 620 nm 处读取吸光度，以空白(7.2.2)调零。以直链淀粉质量(mg)为横坐标，吸光度为纵坐标，绘制标准曲线或建立回归方程。

7.3 试样测定

7.3.1 称取 0.100 0 g～0.200 0 g 样品(约含 0.1 g 粗淀粉)于 100 mL 容量瓶中,加 1 mL 乙醇(5.2.5),充分湿润样品,再加入 9.0 mL 1 mol/L 氢氧化钠溶液(5.3.1),于沸水浴中分散 10 min,迅速冷却,用水定容。

7.3.2 取 20 mL 分散液(7.3.1)于 50 mL 带盖离心管中,加入 10 mL 石油醚(5.2.6),盖上盖子,剧烈振荡 1 min,静止 30 min,分层后用吸管吸去上部石油醚层,对该分散液重复以上脱脂操作 1 次～3 次(建议精米、小麦脱脂 1 次,高粱脱脂 2 次,玉米、谷子脱脂 3 次),最后一次脱脂静止 30 min 后,石油醚层 1/4 以上为澄清状。

7.3.3 吸取脱脂后的分散液(7.3.2) 5.00 mL 于 100 mL 容量瓶中,加水 50 mL,再加入 1 mol/L 冰乙酸溶液(5.3.3)1.0 mL 及碘试剂(5.3.5)1.0 mL,用水定容。加入碘试剂后计时,显色 20 min 后,在 620 nm 处读取吸光度,以空白调零,将待测样品吸光度代入回归方程计算直链淀粉含量。

注:测定样品与测定校准曲线时的环境温度相差不能超过±1 ℃ 。

8 结果计算

试样中直链淀粉的含量(占干基样品)按公式(1)计算。

$$X=\frac{G\times 20}{m_1\times 10\times(100-H)}\times 100 \quad\cdots\cdots(1)$$

式中:

X ——样品中直链淀粉含量(干基)的数值,单位为百分号(%);

G ——从标准曲线或回归方程中换算出的直链淀粉质量的数值,单位为毫克(mg);

m_1 ——称取样品质量的数值,单位为克(g);

20 ——样品溶液稀释倍数的数值;

H ——样品水分含量的数值,单位为百分号(%);

10 ——换算因子的数值。

试样中直链淀粉的含量(占干基淀粉)按公式(2)计算。

$$Y=\frac{G\times 20\times 10}{m_2\times C\times(100-H)}\times 100 \quad\cdots\cdots(2)$$

式中:

Y ——样品中直链淀粉含量(干基)的数值,单位为百分号(%);

G ——从标准曲线或回归方程中换算出的直链淀粉质量的数值,单位为毫克(mg);

m_2 ——称取样品质量的数值,单位为克(g);

C ——样品淀粉干基含量的数值,单位为百分号(%);

20 ——样品溶液稀释倍数的数值;

H ——样品水分含量的数值,单位为百分号(%);

10 ——换算因子的数值。

注:计算结果以重复性条件下的 2 次独立测定结果的算术平均值表示,结果保留 3 位有效数字。

9 精密度

在重复性条件下,直链淀粉含量>5%,2 次独立测定结果的绝对差值不得超过平均值的 5%;直链淀粉含量≤5% ,2 次独立测定结果的绝对差值不得超过平均值的 10%。

在再现性条件下,直链淀粉含量>5%,2 次独立测定结果的绝对差值不得超过平均值的 10%;直链淀粉含量≤5% ,2 次独立测定结果的绝对差值不得超过平均值的 20%。

参 考 文 献

[1] GB 5009.3 食品安全国家标准 食品中水分的测定
[2] GB 5009.9 食品安全国家标准 食品中淀粉的测定
[3] GB/T 5497 粮食、油料检验水分测定法
[4] GB/T 20264 粮食、油料水分两次烘干测定法
[5] NY/T 11 谷物籽粒粗淀粉测定法