



# 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

Modified starch — Determination of hydroxypropyl content —  
Spectrophotometric method

(征求意见稿)

××××-××-××发布

××××-××-××实施

国家市场监督管理总局  
中国国家标准化管理委员会

发布



## 目 次

|                 |    |
|-----------------|----|
| 前 言 .....       | II |
| 1 范围 .....      | 1  |
| 2 规范性引用文件 ..... | 1  |
| 3 原理 .....      | 1  |
| 4 试剂与材料 .....   | 1  |
| 5 仪器 .....      | 1  |
| 6 操作方法 .....    | 2  |
| 7 结果计算 .....    | 2  |
| 8 精密度 .....     | 2  |

## 前 言

本标准是检测方法推荐性国家标准。

本标准按照GB/T 1.1—2009给出的规则起草。

本标准由中国商业联合会提出。

本标准由全国食用淀粉及淀粉衍生物标准化技术委员会（SAC/TC552）归口。

本标准起草单位：

本标准主要起草人：

本标准首次制定。

# 变性淀粉中羟丙基含量的测定——分光光度法

## 1 范围

本标准规定了用分光光度法测定变性淀粉中羟丙基含量的方法。

本标准适用于含有羟丙基的变性淀粉。

## 2 规范性引用文件

下列文件中的条款通过本标准的引用而成为本标准的条款。凡是注日期的引用文件，仅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）适用于本标准。

GB 5009.3-2016 食品安全国家标准 食品中水分的测定

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

变性淀粉中的羟丙基在浓硫酸介质中被氧化生成丙二醇，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的介质中与茚三酮生成紫色络合物，通过测定 590nm 处的吸光度计算羟丙基含量。

## 4 试剂与材料

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（ $\text{H}_2\text{SO}_4$ ）：优级纯，纯度98%以上，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（ $\text{NaHSO}_3$ ）。

4.4 亚硫酸氢钠溶液（5%：m/v）：称取 5 g亚硫酸氢钠，量取95 mL无二氧化碳水（95g），混合均匀，保存备用。

4.5 水合茚三酮溶液（3%：m/v）：称取水合茚三酮（4.2）3g，溶于 97 mL 5%（m/v）亚硫酸氢钠溶液（4.4）中，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 $\geq 99\%$ ，或为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 天平：精确至0.0001g。

5.2 移液管：1.00 mL、2.00 mL、5.00 mL；或者量程为0~1000  $\mu\text{L}$ ，1000~5000  $\mu\text{L}$ 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 分光光度计：波长可调至825 nm，并配有适当的比色皿，厚度为1.0 cm。

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-丙二醇标准储备液：准确称取 1,2-丙二醇标准品（4.6）0.1 g（精准至 0.0001 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 的标准储备液。

6.1.2 1,2-丙二醇标准工作液：分别准确吸取 1, 2-丙二醇标准储备液 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，得到浓度分别为 10 μg/mL、20 μg/mL、30 μg/mL、40 μg/mL 和 50 μg/mL 的标准溶液。

### 6.2 样品溶液的配制

称取 0.05 g~0.10 g（干基）试样，精确至 0.0001 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：样品沸水浴时应注意防止容量瓶盖弹出，样品溶解后应该澄清透明的溶液，如有浑浊或者容量瓶壁上粘有淀粉，应轻轻摇匀液体再进行沸水浴溶解。

### 6.3 测定

6.3.1 取系列标准工作液（6.1.2）各 1 mL，分别移入 25 mL 具塞刻度试管内，将试管置于冷水中，准确缓慢并分批滴加硫酸（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铜溶液（4.5）0.60 mL，立即摇匀，于 25℃ 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）。立即将部分溶液移入分光光度计 1cm 比色池内，静置 5 min 后，在 590 nm 处测定吸光值，根据吸光值绘制标准曲线。

注 1：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，所以不宜加入过快，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，此时硫酸应沿管壁加入，并不得摇动，只可倒转试管混匀，以防破坏丙醛和丙烯醇与茚三酮形成的络合物。

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，以淀粉空白液作为参比，测定吸光值，根据标准曲线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：

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

式中：

$c$ —从标准曲线中读取的样品溶液中丙二醇含量，单位为微克每毫升（μg/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（干基），单位为毫克（mg）；

1000—换算因子。

最终结果保留二位小数

## 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%。