



# 中华人民共和国国家标准

GB/T XXXXX—XXXX

代替 GB/T22427.8-2008/ISO 5809:1982

## 淀粉及其衍生物硫酸化灰分测定

Determination of sulphated ash in starch and derived products

(点击此处添加与国际标准一致性程度的标识)

(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



## 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 .....	1
6 仪器 .....	1
7 操作过程 .....	2
8 结果计算 .....	3
9 精密度 .....	3
10 实验报告 .....	3

## 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。

本文件代替GB/T 22427.8-2008《淀粉及其衍生物硫酸化灰分测定》，与GB/T 22427.8-2008 相比，除结构调整和编辑零星改动外，主要技术变化如下：

a) 删除原文件中涉及食品安全以及产品水分测定的相关规范性引用文件。

b) 删除了原文件中“硫酸化灰分含量以样品残留物质量对样品干基质量的质量百分比表示”公式2，改为注2：若硫酸化灰分含量以样品残留物质量对样品干基质量的质量百分比表示，样品水分按照相关国家标准或者规定的方法进行测定后，进行换算得到。

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。

本文件由中国商业联合会提出。

本文件由全国食用淀粉及淀粉衍生物标准化技术委员会（SAC/TC 552）归口。

本文件起草单位：

本文件主要起草人：

本标准于1989年12月首次发布，2008年10月首次修订，本次为第二次修订。

# 淀粉及其衍生物硫酸化灰分测定

## 1 范围

本文件规定了测定淀粉及其衍生物硫酸化灰分的方法。

本文件适用于淀粉及其衍生物。

## 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

GB/T 12104 界定的以及下列术语和定义适用于本文件。

### 3.1

**硫酸化灰分 sulphated ash**

根据本文件规定的方法，样品经过硫酸处理后灰化所得到的残留物。

## 4 原理

加入硫酸的样品在 $525^{\circ}\text{C} \pm 25^{\circ}\text{C}$ 下灰化，得到样品的残留物质量。硫酸的作用是有助于破坏有机物和避免氯化物的挥发而造成损失。

## 5 试剂

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中规定的三级水要求。

5.1 硫酸溶液：100 mL 的浓硫酸（ $\rho_{20}=1.83\text{g/mL}$ ）缓慢加到 300 mL 水中混合而成。

5.2 盐酸溶液：100 mL 的浓盐酸（ $\rho_{20}=1.19\text{g/mL}$ ）缓慢加到 500 mL 水中混合而成。

## 6 仪器

6.1 坩埚：由铂或在测定条件下不受影响的材料制成，容量 100 mL~200 mL，最小使用表面积为  $15\text{cm}^2$ 。

6.2 灰化炉：有控制和调节温度的装置，可提供  $525^{\circ}\text{C} \pm 25^{\circ}\text{C}$  的灰化温度。

6.3 电热板或本生灯。

6.4 干燥器：内有有效充足的干燥剂和一个厚的多孔板。

6.5 水浴锅：水浴温度可保持在 60℃~70℃。

6.6 分析天平：可精确至 0.0001g。

## 7 操作过程

### 7.1 坩埚的准备

不管是新的或是使用过的坩埚(6.1)，必须先用沸腾的盐酸溶液(5.2)洗涤，再用大量自来水洗涤，最后用去离子水或蒸馏水冲洗。

将洗净的坩埚置于灰化炉(6.2)内，在525℃±25℃下灼烧30min，并在干燥器(6.4)内冷却至室温，然后称重，精确至0.0002g。坩埚灼烧至恒重。

### 7.2 样品预处理

样品应充分混匀。粉末样品应小心而快速地搅动，液体样品用玻璃棒在容器中混合均匀。如果容器体积不够，应迅速将其转移到容积适当并预先洗净干燥的容器中，应避免任何能引起样品水分含量变化的操作。

如样品直接精确称量有困难(如葡萄糖成团状)，则可采用下列的方法：

- a) 先称取 100g 样品，精确至 0.01g。倒入预先已带盖子一起称重并精确至 0.01g 的干燥容器，加入约 100mL90℃的水，盖上盖子搅拌直至样品完全溶解，冷却至室温并称重，精确至 0.01g；
- b) 或不加水溶解，盖上盖子直接插入水浴锅(6.5)中，温度控制在 60℃~70℃之间，使样品熔化，从水浴锅中取出容器，带盖摇荡，使冷凝水与样品混合，然后冷却至室温称重，精确至 0.01g。

### 7.3 称样

如要稀释，按7.2所述方法进行取样，以获得表1所示的样品质量。

其余情况，根据对硫酸化灰分的估计值，按表1称样，精确至0.001g。将样品均匀地分布在坩埚内。

表1

硫酸化灰分 g/100g	样品质量/g
≤5	10
>5, ≤10	5
>10	2

### 7.4 炭化

将5mL硫酸溶液(5.1)加入样品或所取的稀释液中，用玻璃棒搅拌混合，并用少量水冲洗玻璃棒，将冲洗物收集入坩埚内。坩埚放在电热板或本生灯(6.3)上，小心加热，直至全部炭化。

### 7.5 灰化

把坩埚放入灰化炉(6.2)内，将温度控制在525℃±25℃，并保持此温度直至碳化物完全消失为止，通常2h即可完成。

坩埚冷却后，滴2-3滴硫酸溶液(5.1)于残留物中，将其置于灰化炉口蒸发，并再次灰化30min。然后将坩埚移入干燥器(6.4)内，冷却至室温。称坩埚和所含残留物质量，精确至0.0002g。

灰化直至恒重，每次放入干燥器的坩埚不得超过四个。

## 7.6 测定次数

必须进行平行实验。

## 8 结果计算

若硫酸化灰分含量以样品残留物质量对样品质量的质量百分比表示，计算公式为

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

式中：X——硫酸化灰分含量，g/100g；

$m_0$ ——样品质量，g；

$m_1$ ——灰化前坩埚质量，g；

$m_2$ ——灰化后坩埚和残留物质量，g；

取平行实验的算术平均值为结果，得到的结果之差应符合9.1对重复性的要求。计算结果保留两位小数。

注1：在含NaCl为主要矿物质的淀粉水解产物中，以NaCl计算的硫酸化灰分要以普通的硫酸化灰分乘以系数0.823，即NaCl/Na<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>比例的两倍。

注2：若硫酸化灰分含量以样品残留物质量对样品干基质量的质量百分比表示，样品水分按照相关国家标准或者规定的方法进行测定后，进行换算得到。

## 9 精密度

### 9.1 重复性

当硫酸化灰分含量大于2（g/100g）时，平行实验结果的绝对差值不应超过算术平均值的4%；当硫酸化灰分含量小于2（g/100g）时，绝对差值不应超过0.08（g/100g）。

### 9.2 再现性

同一样品在两个不同的实验室进行测定，其结果之差的绝对差值：

当硫酸化灰分小于0.5（g/100g）时，应不超过0.1（g/100g）；

当硫酸化灰分大于5（g/100g）时，应不超过算术平均值的1%；

当硫酸化灰分在0.5（g/100g）～5（g/100g）之间时，应不超过算术平均值的20%。

## 10 实验报告

实验报告应列出

——实验方法

——实验得到的结果

——进行重复性实验而得到的两种实验结果。

还应列出所有未列出的操作环节以及任何偶然可能影响实验结果的环节。

GB/T XXXXX—XXXX

实验报告应包括完全测试试样必需的所有信息。

---