

ICS 55.040

CCS A 82

BB

中华人民共和国包装行业标准

BB/T XXXX—20XX

包装制品中淀粉粘合剂含量的测定 (酶化-重量法和酶化-比色法)

Determination of starch adhesive content in packaging products
(enzymatic-gravimetric method and enzymatic-colorimetric method)

(征求意见稿)

XXXX - XX - XX 发布

XXXX - XX - XX 实施

中华人民共和国工业和信息化部 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。

本文件由中国包装联合会提出。

本文件由全国包装标准化技术委员会（SAC/TC 49）归口。

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。

本文件起草单位：

本文件主要起草人：

包装制品中淀粉粘合剂含量的测定（酶化-重量法和酶化-比色法）

1 范围

本文件规定了包装制品中淀粉粘合剂含量的两种测定方法—酶化-重量法和酶化-比色法。

本文件适用于瓦楞纸板、瓦楞纸箱等需要用淀粉粘合剂进行粘合的包装制品，其他包装制品可参照使用。

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 450 纸和纸板试样的采取及试样纵横向、正反面的测定

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法

GB/T 10739 纸、纸板和纸浆 试样处理和试验的标准大气条件

3 术语和定义

本文件没有需要界定的术语和定义

4 试样的采取和制备

4.1 试样的采取

按GB/T 450的规定进行。

4.2 试样的温湿处理

按GB/T 10739的规定进行。

4.3 试样的制备

4.3.1 对于瓦楞纸板和瓦楞纸箱，切取5张瓦楞纸板样品，每张尺寸不小于125 mm×250 mm，以确保能被精确的裁切成尺寸为100 mm×200 mm的试样，并且样品短边应与瓦楞方向平行。将试样切成10 mm左右大小的小片。

如果需要分别测定单层和多层纸板上淀粉粘合剂的含量，在试样切成小片之前，应从芯纸把瓦楞纸板分成两半，确保每一面都附着等量的芯纸。

4.3.2 参照试样制备：参照试样是指用于制造包装制品的原纸，对于瓦楞纸板来说是指箱纸板和瓦楞芯（原）纸。切取一张尺寸为100 mm×200 mm的箱纸板试样，另切取一张宽度为100 mm，长度为“楞率”×200 mm的瓦楞原纸。将原纸样品切成10 mm左右大小的小片。如果只测试一面的粘合剂含量，则只需制备箱纸板和一半的瓦楞原纸试样。

注：瓦楞原纸因压瓦楞后引起纸张长度方向上缩短，“楞率”是指压楞前长度与压楞后长度的比值，又称为压缩比系数，楞率与瓦楞楞型和生产设备有关，该数值可由瓦楞纸板生产企业提供。

5 方法一：酶化-重量法

5.1 原理

用 α -淀粉酶溶液将包装制品中的淀粉粘合剂溶解，溶解液经过滤、干燥后称重，得到包装制品溶解液的固体含量，然后减去参照试样溶解液的固体含量，即为包装制品中淀粉粘合剂的含量。

5.2 仪器

- 5.2.1 抽滤瓶。
 5.2.2 烧杯：250 mL。
 5.2.3 裁纸刀。
 5.2.4 锥形瓶：250 mL，螺口带盖。
 5.2.5 移液管：10 mL和100 mL，精度±1%。
 5.2.6 烘箱：精度±0.5 °C，温度可达到150 °C。
 5.2.7 分析天平：感量0.1 mg。

5.3 试剂和材料

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

- 5.3.1 α-淀粉酶：生化试剂（BR），酶活力≥10万 U/g。
 5.3.2 α-淀粉酶溶液（10 g/L）：称取α-淀粉酶1.0 g，用水溶解，并定容到100 mL，临用现配。
 5.3.3 定量滤纸。

5.4 试验步骤

- 5.4.1 将切成小片的参照试样和包装制品试样分别放在 5.2.4 的锥形瓶中，每个瓶中加入 100 mL 水，盖上盖子但不拧紧，称量瓶子、内容物和盖子的重量。然后将瓶子放在电炉上加热，温和煮沸 1h，冷却到 80°C。在每个瓶中精确的加入 5.3.2 中的 1 mL α-淀粉酶溶液，并向瓶中加入水至初始重量。
 5.4.2 拧紧瓶盖，把锥形瓶置于 80~85 °C 的烘箱中，放置 2 h。每 30 min 摇动一次，以确保溶液均匀。
 5.4.3 将锥形瓶从烘箱中取出，松开盖子，使内容物冷却至室温。并摇动瓶子使内容物混合良好。
 5.4.4 取下盖子，用定量滤纸将锥形瓶中的溶液过滤到 250 mL 的烧杯中。烧杯应预先在分析天平上精确称量至 0.1 mg。
 5.4.5 收集 70-80 g 滤液后，称量烧杯和内容物的质量精确至 0.01 g，得到了滤液的质量。
 5.4.6 将装有滤液的烧杯置于 130 °C 的烘箱中烘至恒重，取出后在干燥器中冷却，然后精确称量至 0.1 mg，得到残余物的质量。

5.5 结果计算

- 5.5.1 包装制品试样的滤液干燥后的固体物包括溶解的淀粉粘合剂、酶和纸中的溶解性组分。
 5.5.2 参照试样的滤液干燥后的固体物包括酶和纸中的溶解性组分。
 5.5.3 单位面积试样固体物的含量按式（1）计算：

$$X = \frac{\frac{m}{m_0} \times 100}{0.1 \times 0.2} \dots\dots\dots (1)$$

式中：

- X ——单位面积试样固体物含量，单位为克每平方米（g/m²）；
 m ——滤液干燥后固体物的质量，单位为克（g）；
 m_0 ——收集的滤液的质量，单位为克（g）；
 100——总滤液的质量，单位为克（g）；
 0.1——试样宽度，单位为米（m）；
 0.2——试样长度，单位为米（m）。

5.5.4 包装制品单位面积淀粉粘合剂含量按式(2)计算:

$$Y = X_1 - X_2 \quad \dots\dots\dots(2)$$

式中:

Y ——包装制品单位面积淀粉粘合剂含量,单位为克每平方米(g/m^2);

X_1 ——包装制品单位面积固体物含量,单位为克每平方米(g/m^2);

X_2 ——参照试样单位面积固体物含量,单位为克每平方米(g/m^2)。

每个样品进行五次测定,结果以五次测定的算数平均值表示,保留1位小数。

5.6 精密度

按照本文件对包装制品的淀粉粘合剂含量进行测试,给出了以下重复性和再现性值。

重复性为10.2%,以同一实验室重复性试验结果的变异系数(CV)表示。

再现性为9.35%,以不同实验室再现性试验结果的变异系数(CV)表示。

6 方法二:酶化-比色法

6.1 原理

包装制品中的淀粉粘合剂被 α -淀粉酶水解成麦芽糖和糊精,采用萨氏比色法通过还原糖含量与吸光度之间的线性关系,建立起淀粉含量与吸光度之间的线性关系,然后测定水解液的吸光度,计算得到淀粉粘合剂的含量。

6.2 仪器

- 6.2.1 可见分光光度计:具备10 mm的比色皿。
- 6.2.2 血糖管:25 mL。
- 6.2.3 自动微量移液管:1 mL~10 mL,精度 $\pm 1\%$ 。
- 6.2.4 容量瓶:100 mL和1000 mL。
- 6.2.5 锥形瓶:250 mL,螺口带盖。
- 6.2.6 烘箱:精度 $\pm 0.5\text{ }^\circ\text{C}$,温度可达到 $150\text{ }^\circ\text{C}$ 。
- 6.2.7 分析天平:感量0.1 mg。
- 6.2.8 其他:漏斗;50 mL和600 mL烧杯;棕色瓶。

6.3 试剂和材料

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

6.3.1 试剂

- 6.3.1.1 α -淀粉酶:生化试剂(BR),酶活力 ≥ 10 万 U/g。
- 6.3.1.2 无水碳酸钠(Na_2CO_3)。
- 6.3.1.3 酒石酸钠钾($\text{KNaC}_4\text{H}_4\text{O}_6 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$)。
- 6.3.1.4 硫酸铜($\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$)。
- 6.3.1.5 碳酸氢钠(NaHCO_3)。
- 6.3.1.6 无水硫酸钠(Na_2SO_4)。
- 6.3.1.7 钼酸铵 $[(\text{NH}_4)_2\text{MoO}_4]$ 。
- 6.3.1.8 砷酸氢二钠($\text{Na}_2\text{HAsO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$)。

6.3.1.9 浓硫酸 (H_2SO_4)。

6.3.2 试剂配制

6.3.2.1 α -淀粉酶溶液 (10 g/L)：称取 α -淀粉酶1.0 g，用水溶解，并定容到100 mL，临用现配。

6.3.2.2 α -淀粉酶溶液 (0.6 g/L)：取60 mL 6.3.2.1的 α -淀粉酶溶液，用水稀释到1000 mL，临用现配。

6.3.2.3 铜试剂配制：

(1) 把24 g无水碳酸钠 (Na_2CO_3) 和12 g酒石酸钠钾 ($\text{KNaC}_4\text{H}_4\text{O}_6 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$) 溶解于250 mL经煮沸后冷却的水中。

(2) 将4 g硫酸铜 ($\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$) 溶解于40 mL煮沸后的水中，然后加入到上述溶液中。

(3) 两种溶液混合后，加入16 g碳酸氢钠 (NaHCO_3)，溶解后，将溶液倒入1 L的量筒中。

(4) 将180 g无水硫酸钠 (Na_2SO_4) 溶解于500 mL热水中，煮沸，排除空气。

(5) 冷却后，将此溶液加入到上述量筒中，然后用煮沸后冷却的水稀释到1000 mL。

6.3.2.4 砷钼酸盐试剂配制：

(1) 将25 g钼酸铵 [$(\text{NH}_4)_2\text{MoO}_4$] 溶解于450 mL水中，加入21 mL浓硫酸，混合。

(2) 将3 g砷酸氢二钠 ($\text{Na}_2\text{HAsO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$) 溶解于25 mL水中。

(3) 将5.3.4.1和5.3.4.2的溶液混合在一起，在37℃的条件下放置24h~48h。然后贮存在棕色瓶中备用。

6.4 试验步骤

6.4.1 消解

6.4.1.1 将切成小片的参照试样和包装制品试样分别放在 6.2.5 的锥形瓶中，精确加入 50 mL 6.3.2.2 浓度为 0.6 g/L 的 α -淀粉酶溶液。

6.4.1.2 盖好瓶盖，在 80~85℃ 的条件下消解 2h。

6.4.2 测定

6.4.2.1 将锥形瓶冷却后，用滤纸过滤出大约 40 mL 消解液。

6.4.2.2 用移液管准确移取 5 mL 滤液于 50mL 容量瓶中，并用水稀释至刻度。

6.4.2.3 在血糖管中，加入 1 mL 稀释滤液和 1 mL 铜试剂，摇匀。

6.4.2.4 将血糖管置于沸水中 20 min，取出后用流水冷却。

6.4.2.5 加入 1 mL 砷钼酸盐有色试剂，摇匀并稀释至血糖管 25 mL 的刻度线处。

6.4.2.6 充分显色 10 min。

6.4.2.7 用空白试剂 (1 mL 砷钼酸盐试剂稀释到 25 mL) 在 520 nm 下设定分光光度计的零点。

6.4.2.8 将血糖管中的溶液转移到比色皿中，在 520 nm 下，分别测定包装制品试样和参照试样的吸光度，以二者的差值作为吸光度的测定结果。

6.4.2.9 从标准曲线上，按照测得的吸光度，计算出包装制品单位面积上淀粉粘合剂的含量。

6.4.3 标准曲线制定

6.4.3.1 精确配制浓度为 2.0% 的淀粉溶液，淀粉种类应与包装制品样品所用淀粉粘合剂种类一致。分别取 5.0 g、7.0 g、9.0 g、11.0 g、13.0 g、15.0 g 淀粉溶液，加入到 6.2.5 的锥形瓶中，然后加入水，使瓶中物质的净重达到 50 g，加入 3 mL 6.3.2.1 浓度为 10 g/L 的 α -淀粉酶溶液，按照 6.4.1 的方法进行消解。

6.4.3.2 按照 6.4.2 的方法，对消解后的淀粉溶液进行显色，并分别测定淀粉溶液的吸光度。

6.4.3.3 以淀粉含量为横坐标，吸光度为纵坐标，建立标准曲线，得到标准曲线方程。淀粉含量以单位面积包装制品的淀粉添加量表示，本试验条件下横坐标分别为 5.0 g/m²、7.0 g/m²、9.0 g/m²、11.0 g/m²、13.0 g/m²、15.0 g/m²，标准曲线示意图见图 1。

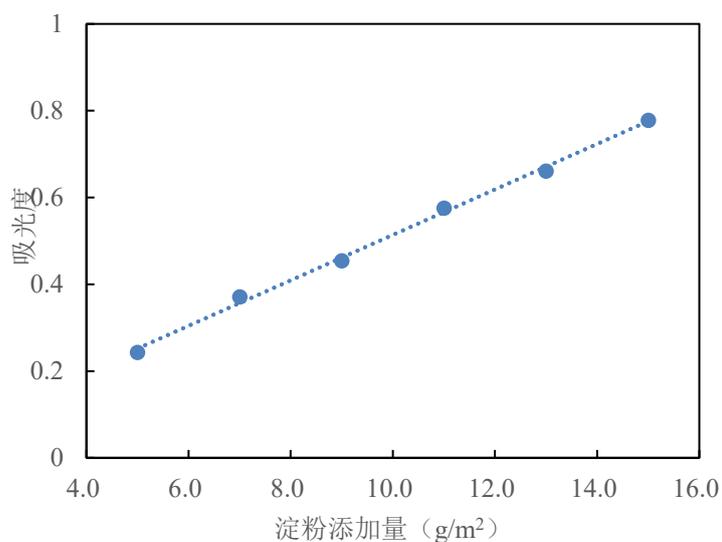


图1 标准曲线示意图

6.5 结果计算

测得包装制品样品的吸光度后,将数据带入标准曲线方程,计算得到单位面积上淀粉粘合剂的含量。每个样品进行五次测定,结果以五次测定的算数平均值表示,保留1位小数。

6.6 精密度

按照本文件对包装制品的淀粉粘合剂含量进行测试,给出了以下重复性和再现性值。重复性为5.56%,以同一实验室重复性试验结果的变异系数(CV)表示。再现性为5.32%,以不同实验室再现性实验结果的变异系数(CV)表示。

7 试验报告

试验报告应包括如下内容:

- (1) 本文件的编号和使用的测试方法;
- (2) 试验的日期和地点;
- (3) 被测试样的取样部位及特征描述;
- (4) 测定结果的算数平均值和标准偏差;
- (5) 如需要测定淀粉粘合剂分布的均匀性,应用示意图标明取样部位;
- (6) 任何偏离本文件或可能影响结果的内容。