



中华人民共和国国家标准

GB/T 20194—2018
代替 GB/T 20194—2006

动物饲料中淀粉含量的测定 旋光法

Determination of starch in feeds—Polarimetry

(ISO 6493:2000, Animal feeding stuffs—
Determination of starch content —Polarimetric method, MOD)

2018-05-14 发布

2018-12-01 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

订单号: 0100180528020632 防伪编号: 2018-0528-0237-1062-6675 购买单位: YTFMT

YTFMT 专用

前 言

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本标准代替 GB/T 20194—2006《饲料中淀粉含量的测定 旋光法》。

本标准与 GB/T 20194—2006 相比,主要技术内容差异如下:

- 本标准与 ISO 6493:2000 的一致性关系调整为修改采用;
- “范围”中增加了“本标准适用于饲料原料、配合饲料、精料补充料、浓缩饲料和添加剂预混料中淀粉含量的测定”(见第 1 章,2006 年版的第 1 章);
- “规范性引用文件”中增加了 GB/T 601(见第 2 章,2006 年版的第 2 章);
- 将三水合乙酸锌修正为二水合乙酸锌(见 5.6.2,2006 年版的 5.6.2);
- 明确了盐酸需标定(见 5.3 和 5.4,2006 年版的 5.4 和 5.5);
- 修正了计算公式(见第 9 章,2006 年版的第 10 章);
- 增加了大麦的比旋度(见第 9 章)。

本标准使用重新起草法修改采用 ISO 6493:2000《动物饲料 淀粉含量的测定 旋光法》。

本标准与 ISO 6493:2000 相比在结构上有所调整,附录 A 中列出了本标准与 ISO 6493:2000 的条款编号对照一览表。

本标准与 ISO 6493:2000 相比存在技术性差异,附录 B 中给出了相应技术性差异及其原因的一览表。

本标准由全国饲料工业标准化技术委员会(SAC/TC 76)提出并归口。

本标准起草单位:国粮武汉科学研究设计院有限公司[国家饲料质量监督检验中心(武汉)]。

本标准主要起草人:黄婷、王思思、高俊峰、何旭孔、王峻、杨林。

本标准所代替标准的历次版本发布情况为:

- GB/T 20194—2006。

订单号: 0100180528020632 防伪编号: 2018-0528-0237-1062-6675 购买单位: YTFMT

YTFMT 专用

动物饲料中淀粉含量的测定 旋光法

1 范围

本标准规定了动物饲料中淀粉含量测定的旋光法。

本标准适用于饲料原料、配合饲料、精料补充料、浓缩饲料和添加剂预混料中淀粉含量的测定。

本标准不适用于含有在分析过程中具有光学活性,且不溶于40%乙醇的淀粉以外的其他物质的产品,如马铃薯浆,甜菜的丝、叶、根、冠,酵母,大豆产品,羽扇豆以及富含葡萄糖的产品(如菊苣根和菊芋),此时可用酶法测定淀粉含量。

本标准不适用于直链淀粉超过40%的淀粉,如高直链玉米淀粉 HylonVII 的定量测定。

警示——处理产品时温、湿度过高,淀粉的测定结果可能过低。

2 规范性引用文件

下列文件对于本文件的应用是必不可少的。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)适用于本文件。

GB/T 601 化学试剂 滴定分析(容量分析)用标准溶液的制备

GB/T 6003.1 金属丝编织网试验筛(GB/T 6003.1—2012,ISO 3310-1:1990,IDT)

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法(GB/T 6682—2008,ISO 3696:1987,IDT)

GB/T 14699.1 饲料 采样(GB/T 14699.1—2005,ISO 6497:2002,IDT)

GB/T 20195 动物饲料 试样的制备(GB/T 20195—2006,ISO 6498:1998,IDT)

3 术语和定义

下列术语和定义适用于本文件。

3.1

淀粉 starch

由 α -1,4键连接的葡萄糖单位的分支长链(直链淀粉)和/或由 α -1,4键连接的葡萄糖单位的 α -1,6分支长链(支链淀粉)组成的天然植物性多聚体。

3.2

淀粉含量 starch content

根据本标准测定的不溶于40%乙醇的淀粉及其高分子降解产物的质量分数。

注:淀粉含量以克每千克表示。

4 原理

试样用稀盐酸分解,将溶解的淀粉糊化并部分水解。测定澄清溶液的总旋光度,并对溶于40%乙醇的其他物质及稀盐酸处理后光学活性引起的旋光度予以校正。用已知的系数乘以校正后的旋光度计算出的淀粉含量。

5 试剂或材料

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

- 5.1 乙醇(C_2H_5OH)溶液,40%(体积分数)。
- 5.2 甲基红,96%乙醇溶液(体积分数), ρ (甲基红)=1 g/L。
- 5.3 盐酸溶液, $c(HCl)=0.31$ mol/L,按 GB/T 601 制备,以甲基红为指示剂,用 0.100 mol/L 氢氧化钠溶液滴定盐酸溶液,10 mL 盐酸溶液应中和 31.0 mL \pm 0.1 mL 氢氧化钠溶液。

警示——盐酸溶液浓度过高或过低,将导致不正确的淀粉测定值。

- 5.4 盐酸溶液, $c(HCl)=7.73$ mol/L。
- 5.5 澄清溶液,Carrez 澄清溶液配制方法如下:
 - a) 亚铁氰化钾(II)溶液, $c[K_4Fe(CN)_6]=0.25$ mol/L,在 1 L 容量瓶中,将 106 g 三水亚铁氰化钾 $[K_4Fe(CN)_6 \cdot 3H_2O]$ 溶于水,定容至刻度。
 - b) 乙酸锌,0.5 mol/L 乙酸溶液, $c[Zn(CH_3COO)_2]=1$ mol/L,在 1 L 容量瓶中将 219.5 g 乙酸锌 $[Zn(CH_3COO)_2 \cdot 2H_2O]$ 和 30 g 冰乙酸溶于水,并用水定容到刻度。
- 5.6 蔗糖溶液($C_{12}H_{22}O_{11}$), ρ (蔗糖)=100.0 g/L。
- 5.7 分样筛,孔径为 0.5 mm。

6 仪器设备

- 6.1 分析天平,感量为 1 mg。
- 6.2 pH 计,准确至 0.1 pH 单位。
- 6.3 沸水浴,当锥形瓶浸入时,水浴能保持沸腾。

警示——如果水浴不能保持沸腾,则淀粉含量测定值可能偏高。

- 6.4 旋光仪,准确至 0.01°,适合使用 200 mm 长旋光管。

在波长 589.3 nm 处(钠光谱 D 线)测定旋光度,如果用偏离规定长度的旋光管测定,则测定时需有相应的准确度。

如果有准确度与旋光仪的相当的糖度计,也可用糖度计测定,此时,应将读数转化为度。

旋光仪可用蔗糖溶液(5.6)校准,在 20 °C \pm 1 °C,用 200 mm 旋光管测定时,该蔗糖溶液的旋光度为 13.30°。

- 6.5 滴定管。
- 6.6 回流冷凝器。
- 6.7 100 mL 容量瓶:如果容量瓶需要与回流冷凝器(见 8.3.3)连接,则建议使用磨口锥形瓶。

7 采样和试样制备

按 GB/T 14699.1 抽取有代表性的样品,四分法缩减取样。按 GB/T 20195 制备试样。粉碎至全部通过 0.5mm 孔筛(GB/T 6003.1),混匀装于密封容器,备用。

8 分析步骤

8.1 耗酸量的测定

- 8.1.1 称取约 2.5 g 制备好的试样(精确到 1 mg),定量转移到 50 mL 锥形瓶中,加入 25 mL 水,振摇至

形成均匀的悬浊液。

8.1.2 将 pH 计(6.2)的电极置于悬浊液中,用滴定管滴加盐酸溶液(5.3)至 pH 为 3.0 ± 0.1 ,剧烈振摇悬浊液,并静置 2 min,检查试样所消耗盐酸是否平衡,如果在此过程中,pH 升高超过 3.1,再用滴定管滴加盐酸溶液(5.3),必要时可多次滴加盐酸,直到不需要更多的盐酸为止。

8.1.3 根据所用盐酸溶液(5.3)体积计算出试样的耗酸量。

8.2 总旋光度测定

8.2.1 称取约 2.5 g 制备好的试样(m_1),精确到 1 mg,定量转移到干燥的 100 mL 容量瓶中(6.7)中,加 25 mL 盐酸溶液(5.3),振摇至形成均匀的悬浊液,再加入 25 mL 盐酸溶液(5.3)。

8.2.2 加入适当浓度的盐酸,补足试样的耗酸量(见 8.1),且使容量瓶中内容物的体积变化不超过 1 mL。

示例:如为补偿富含碳酸盐的样品用去 0.1 mol/L 盐酸溶液 5.0 mL(8.1.2),试样的耗酸量是 0.5 mmol(8.1.3),此时在 8.2.2 中需加 1.0 mol/L 盐酸溶液 0.5 mL。

警示——如悬浊液中盐酸浓度偏离 0.31 mol/L,将会得到错误的淀粉含量,盐酸浓度过高或过低,将分别导致淀粉含量测定值过低或过高。

8.2.3 将容量瓶浸入沸水浴中(6.3)中,在前 3 min,用力振摇容量瓶,以避免结块并使悬浊液受热均匀,振摇时容量瓶不能离开水浴。

如果同时测定多个试样,容量瓶不要同时放入水浴,每个样品要间隔一定时间,以保持水浴沸腾。

15 min \pm 5 s 后,取出容量瓶,立即加入温度不超过 10 °C 的水 30 mL,旋动容量瓶,在流水中冷却至 20 °C 左右。

警示——如果容量瓶在沸水浴中加热时间过长或降温过慢,则淀粉含量测定值过低。

加入 5 mL 亚铁氰化钾(II)溶液[5.5 a)],振摇 1 min,加入 5 mL 乙酸锌溶液[5.5 b)],振摇 1 min,用水稀释至刻度,混匀,过滤,弃去初始的数毫升滤液。

用旋光仪或糖度计(6.4)测定滤液的旋光度(α_1)。

8.3 乙醇溶解物的旋光度测定

8.3.1 称取 5 g 制备好的试样(m_2),精确至 1 mg,定量转移到干燥的 100 mL 容量瓶中(6.7)中,加 40 mL 乙醇溶液(5.1),振摇至形成均匀的悬浊液,然后再加 40 mL 乙醇溶液(5.1)。

8.3.2 加入适当浓度的盐酸以补充试样的耗酸量(见 8.1),使瓶中内容物的体积变化不超于 1 mL,加入盐酸的量一般是 8.2.2 中加入量的 2 倍。

8.3.3 用力振摇,在室温下静置 1 h,在此期间至少每隔 10 min 振摇一次。

如果试样(如乳清粉及精制奶粉)中乳糖含量超 50 g/kg,将容量瓶中试样加热溶解,并与回流冷凝器相连,置于 50 °C \pm 2 °C 水浴中加热 30 min。

用乙醇溶液(5.1)定容至刻度,混匀,过滤,弃去初始的数毫升滤液。

吸取 50 mL 滤液于 100 mL 容量瓶(6.7),加入 2.0 mL 盐酸溶液(5.4)用力振摇,将容量瓶与回流冷凝器相连,并将其浸入沸水浴中(6.3)中。

15 min \pm 5 s 后,从水浴中取出容量瓶,立即加入温度不超过 10 °C 的水 30 mL,旋动容量瓶并在流水中冷却至 20 °C 左右。

加 5 mL 亚铁氰化钾(II)溶液[5.5.a)],振摇 1 min,加 5 mL 乙酸锌溶液[5.5.b)],振摇 1 min,用水稀释至刻度,摇匀,过滤,弃去初始的数毫升滤液。用旋光仪或糖度计(6.4)测定滤液的旋光度(α_2)。

9 试验数据处理

试样的淀粉含量由下式计算:

$$W = \frac{20\,000}{\alpha_D^{20}} \times \left[\frac{2.5\alpha_1}{m_1} - \frac{5\alpha_2}{m_2} \right]$$

式中：

W —— 试样中淀粉含量，单位为克每千克(g/kg)；

α_1 —— 在 8.2 中测定的总旋光度值，以度(°)表示；

α_2 —— 在 8.3 中测定的乙醇溶解物的旋光度值，以度(°)表示；

m_1 —— 测定总旋光度(8.2)时试样的质量，单位为克(g)；

m_2 —— 测定乙醇溶解物旋光度(8.3)时试料的质量，单位为克(g)；

α_D^{20} —— 在波长为 589.3 nm(钠光谱 D 线)处测定纯淀粉比旋度的数值。

其中：

稻米淀粉 $\alpha_D^{20} = 185.9^\circ$

马铃薯淀粉(参见附录 C) $\alpha_D^{20} = 185.7^\circ$

玉米淀粉 $\alpha_D^{20} = 184.6^\circ$

黑麦淀粉 $\alpha_D^{20} = 184.0^\circ$

木薯淀粉(参见附录 C) $\alpha_D^{20} = 183.6^\circ$

小麦淀粉 $\alpha_D^{20} = 182.7^\circ$

大麦淀粉 $\alpha_D^{20} = 181.5^\circ$

燕麦淀粉 $\alpha_D^{20} = 181.3^\circ$

其他淀粉及动物饲料中的混合淀粉 $\alpha_D^{20} = 184.0^\circ$

结果四舍五入，准确至 1 g/kg。

10 精密度

10.1 实验室间试验

参见附录 D。在附录 D 中详细列出了本方法精密度实验室间的试验结果，由本试验得出的结果可能不适用于附录 D 未列出的浓度范围及物质。

10.2 重复性

用相同的方法，对同一试样，在同一实验室内，由同一操作人员用相同的设备，在短时间内得到的两个独立的试验结果之差的绝对值超过表 1 中列出的或由表 1 导出的重复性限(r)的情况不超过 5%。

表 1 重复性限 r 和再现性限 R

样品	淀粉含量/(g/kg)	重复性限 r /(g/kg)	再现性限 R /(g/kg)
玉米蛋白粉	190.4	12.5	20.2
仔猪饲料	347.1	12.7	27.8
蛋鸡饲料	367.1	9.7	13.3
碗豆	444.3	52.1	67.1
木薯干	629.3	15.0	36.1

10.3 再现性

用相同的方法，对同一试样，在不同的实验室内，由不同的操作人员，用不同的设备得到的两个独立

的试验结果之差的绝对值超过表 1 列出的或由表 1 导出的再现性限 R 的情况不大于 5%。

11 试验报告

试验报告应详细说明：

- 鉴别样品所必需的信息；
- 如果已知采样方法，应说明使用的采样方法；
- 采用的测定方法，附本标准的参考文献；
- 所有本标准未规定的、或认为是非强制性的、以及可能影响测定结果的全部细节；
- 获得的测定结果，如果检查了重复性则提供两个测定结果。

YTFMT 专用

附录 A
(资料性附录)

本标准与 ISO 6493:2000 相比的结构变化情况

本标准与 ISO 6493:2000 相比在结构上有较多调整,具体章条编号对照情况见表 A.1。

表 A.1 本标准与 ISO 6493:2000 的章条编号对照情况

本标准章条编号	ISO 6493:2000 章条编号
—	5.1
5.1	5.2
5.2	5.3
5.3	5.4
5.4	5.5
5.5	5.6
5.6	5.7
5.7	—
7	7.8
8	9
9	10
10	11
11	12

附 录 B
(资料性附录)

本标准与 ISO 6493:2000 的技术性差异及其原因

表 B.1 给出了本标准与 ISO 6493:2000 的技术性差异及其原因。

表 B.1 本标准与 ISO 6493:2000 的技术性差异及其原因

本标准 章条编号	技术性差异	原因
1	将 ISO 6493:2000 范围中“饲料”修改为“饲料原料、配合饲料、精料补充料、浓缩饲料和添加剂预混料”	适应我国目前的饲料分类情况
2	<p>关于规范性引用文件,本标准做了具有技术性差异的调整,调整的情况集中反映在第 2 章“规范性引用文件”中,具体调整如下:</p> <ul style="list-style-type: none"> ——增加了 GB/T 601 化学试剂 滴定分析(容量分析)用标准溶液的制备; ——增加了 GB/T 14699.1 饲料 采样; ——用 GB/T 6003.1 代替了 ISO 3310-1; ——用 GB/T 6682 代替了 ISO 3696; ——用 GB/T 20195 代替了 ISO 6498 	<p>标准引用了 GB/T 14699.1;</p> <p>用我国的标准代替 ISO 的标准,便于使用相关标准</p>

附录 C (资料性附录)

关于马铃薯淀粉和木薯淀粉比旋度的说明

C.1 马铃薯淀粉

在实际测定中,马铃薯淀粉使用了3个不同的比旋度数值。

由 Ewers(见文献目录中参考文献[6])发表的原始出版物中,提出了马铃薯淀粉的两个比旋度。

$\alpha_D^{20} = 185.7^\circ$ 在沸水浴中用 0.31 mol/L 盐酸处理淀粉样品。

$\alpha_D^{20} = 195.4^\circ$ 在沸水浴中用 0.10 mol/L 盐酸处理淀粉样品。

根据参考文献[6],用 0.10 mol/L 盐酸处理得到淀粉旋光度,不是标准值,通常是用 0.31 mol/L 盐酸处理,得到淀粉含量,其相应的比旋光度值为 185.7° 。

遗憾的是过去由原始出版物导出的关于马铃薯淀粉的两个比旋光度数值被欧洲委员会(EC)(见参考文献)混淆了,因而引起了混乱。

1967年欧洲委员会发表的官方刊物(参考文献[7])中提出了正确数值为 185.7° 。在1972年修订了EC议定书之后,又在官方刊物(参考文献[8])中提出 195.4° 的错误数值。

1980年,在官方刊物(参考文献[9])中对马铃薯淀粉的比旋度进行了错误的修正,即由 195.4° 修正为 185.4° ,但后者应为 185.7° 。

1987年,由EC提出的错误值 195.4° 被欧洲淀粉协会(ESA)的淀粉专家组(STEX)的分析工作组在参考文献[10]中采用。

以后,该错误值为EC修正为 185.4° 为ISO/CD 10520,随后ISO/DIS 10520(1994)中提出了 185.7° 这一正确数值,虽然在再版的ISO/DIS 10520.2(1995)再次提出 185.4° 这一错误值,但是ISO 10520:1997(参考文献[4])的文本中包含了正确数值 185.7° 。

C.2 木薯淀粉

根据参考文献[5]木薯淀粉的比旋度为 183.6° 。

附 录 D
(资料性附录)
实验室间实验结果

1997年由15个实验室根据ISO 5725-2(参考文献[2])进行的一次实验室间试验确定了本方法的精密性,检测的样品有木薯干、蛋鸡饲料、玉米蛋白粉、豌豆和仔猪饲料。

表D.1列出了试验的统计结果。

表 D.1 统计结果

参 数	样 品 ^a				
	1	2	3	4	5
删除界外值后保留的实验室数	15	15	14	15	15
收到的的结果数	30	30	28	30	30
淀粉平均含量/(g/kg)	190.4	347.1	367.1	444.3	629.3
重复性标准偏差(s_r)/(g/kg)	4.5	4.6	3.5	18.6	5.4
重复性变异系数/%	2.4	1.3	0.9	4.2	0.9
重复性限(r)[$r=2.83 \times s_r$]/(g/kg)	12.6	12.7	9.7	52.1	15.0
再现性标准偏差(s_R)/(g/kg)	7.2	9.8	4.2	24.0	12.9
再现性变异系数/%	3.8	2.8	1.3	5.4	2.0
再现性限(R)[$R=2.83 \times s_R$]/(g/kg)	20.2	27.5	13.3	67.1	36.1
^a 1:玉米蛋白粉。 2:仔猪饲料。 3:蛋鸡饲料。 4:豌豆。 5:木薯干。					

参 考 文 献

- [1] ISO 5725-1:1994 Accuracy(trueness and precision) of measurement methods and results—Part 1: General principles and definitions.
- [2] ISO 5725-2:1994 Accuracy (trueness and precision) of measurement methods and results—Part2:Basic methods for the determination of repeatability and reproducibility of a standard measurement method.
- [3] ISO 6497 Animal feeding stuffs—Sampling.
- [4] ISO 10520:1997 Native Starch—Determination of Starch Content—Ewers polarimetric method.
- [5] DIN 10 300:1971 Bestimmung des Rohstärkegehaltes—Salzäure-Verfahren (Determination of Crude Starch Content—Hydrochloric acid method).
- [6] Ewere, Zeitschrift für öffentliche Chemie, 14, 1908, pp.150-157.
- [7] Official Journal of the European Communities 2927/67 of 1967-06-30.
- [8] Official Journal of the European Communities L 123/6-9 of 1972-05-29.
- [9] Official Journal of the European Communities L 320/43 of 1980-11-27.
- [10] Stärke, 12(7), 1984, pp.14-416.

YTFMT 专用

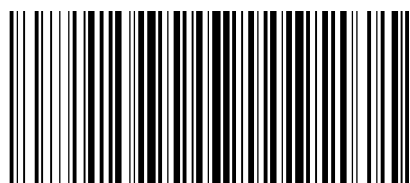
YTFMT 专用

 **版权声明**

中国标准在线服务网(www.spc.org.cn)是中国质检出版社委托北京标科网络技术有限公司负责运营销售正版标准资源的网络服务平台,本网站所有标准资源均已获得国内外相关版权方的合法授权。未经授权,严禁任何单位、组织及个人对标准文本进行复制、发行、销售、传播和翻译出版等违法行为。版权所有,违者必究!

中国标准在线服务网
<http://www.spc.org.cn>

标准号: GB/T 20194-2018
购买者: YTFMT
订单号: 0100180528020632
防伪号: 2018-0528-0237-1062-6675
时 间: 2018-05-28
定 价: 24元



GB/T 20194-2018

中 华 人 民 共 和 国
国 家 标 准
动物饲料中淀粉含量的测定 旋光法
GB/T 20194—2018

*

中国标准出版社出版发行
北京市朝阳区和平里西街甲2号(100029)
北京市西城区三里河北街16号(100045)

网址: www.spc.org.cn

服务热线: 400-168-0010

2018年5月第一版

*

书号: 155066·1-60077

版权专有 侵权必究