

## 水稻直链淀粉含量测定

**1 适用范围** 本国际标准适用于精米直链淀粉的测定。

**2 参考标准** ISO950 谷物取样 (颗粒形)。

### **3 定义**

**3.1 直链淀粉** 由淀粉组成的多糖, 其大分子主要是线状结构。

**3.2 支链淀粉** 由淀粉组成的多糖, 其大分子具有分支结构。

**3.3 精米** 经碾磨除去糙米中的全部或部分胚和糠皮得到的大米。

**4 原理** 把精米研磨成细粉, 破坏淀粉的微晶束结构从而使其易于完全分散和胶化, 然后脱脂。取其中部分米粉用氢氧化钠溶液分散, 定容后取一部分加入一定量的碘溶液, 用分光光度计于 620nm 处测定碘—淀粉复合物的光吸收值。从标准曲线中求得直链淀粉含量, 本标准曲线是根据直链和支链淀粉混合物的光吸收值绘制, 这样可以校正在试验样品中支链淀粉对直链淀粉—碘复合物颜色的影响。

**5 试剂** 所有试剂均应为分析纯, 水应是蒸馏水或具有相当纯度的水。

**5.1 甲醇**, 85% (V/V)。

**5.2 乙醇**, 95% (V/V)。

**5.3 氢氧化钠**, 1mol/L 溶液。

**5.4 氢氧化钠**, 0.09mol/L 溶液。

**5.5 醋酸**, 1mol/L 溶液。

**5.6 碘溶液** 称 2.000 克碘化钾于带塞称量瓶中, 精确至 5 毫克, 加足够水使其溶解, 再称 0.200 克碘加入其中, 精确至 1 毫克。当全部碘溶液溶解后, 转移至 100 毫升容量瓶, 用蒸馏水定容并混匀。该溶液需当天使用当天配制, 且要避光。

**5.7 马铃薯直链淀粉** 要求无支链淀粉, 克/升 悬乳液。

**5.7.1 直链淀粉脱脂** 用甲醇 (5.1) 在 Soxhlet 提取器中回流 16 小时或用 Goldfish 提取器回流 4 小时, 回流速度为每秒钟 5—6 滴 (见注 1)。

**5.7.2 脱脂的直链淀粉** 在表面皿中放置二天, 以其蒸发残留的甲醇, 并使水分含量达到平衡。支链淀粉 (5.8) 和试验样品 (8.1) 同样处理 (见注 2)。

**5.7.3 称 100±0.5 毫克脱脂的直链淀粉** 放入 100 毫升容量瓶中。小心加入 1 毫升乙醇 (5.2), 冲洗留在瓶壁上的少量直链淀粉, 加入 9.0 毫升 1mol/L 氢氧化钠溶液 (5.3), 放在室温下 15—24 小时, 不要摇动。用水定容并混匀。此标准溶液含直链淀粉 1 毫克/毫升。

**注:** 1. 马铃薯直链淀粉应是纯的, 必须用安培或电位滴定法测其纯度。有一些商品制备不纯, 将其作标准时, 测出的大米直链淀粉含量偏高。纯的直链淀粉其碘结合量应为 19—20%。

2. 由于试验样品直链淀粉和支链淀粉是在同样环境条件下处理测定, 不需要校正水分含

量,测出的结果以精米干基含量计。

**5.8 支链淀粉** 1克/升标准胶体溶液。用支链淀粉含量不低于90%(m/m)的蜡质水稻精米粉制备。将蜡质精米浸泡后,用合适的实验捣碎机(6.1)将其粉碎到一定细度,用洗涤剂(20克/升十二烷基苯磺酸钠溶液,使用前加入2克/升硫酸钠)或碱(3克/升氢氧化钠溶液)彻底提取蛋白质,然后用甲醇在 Soxhlet 提取器回流脱脂16小时,或用 Goldfish 提取器提取4小时,回流速度5—6滴/秒,经脱蛋白质,脱脂的支链淀粉在表面皿中放置二天,以期蒸发残留的甲醇,并使水分含量达到平衡。直链淀粉(5.7)和测定样品(8.1)同样处理(见注解2至5.7)。以下按步骤5.7.3执行。这种标准悬浮液含支链淀粉1毫克/毫升。

## **6 仪器** 实验室常规仪器和一些专用仪器

**6.1** 实验室捣碎机 能将浸泡后的精白米粉碎、干燥后能通过250微米孔径的筛。

**6.2** 微型磨 能够将稻米研磨成过250微米孔径筛的米粉,如旋风磨或高速球磨。

**6.3** 筛,孔径250微米。

**6.4** 分光光度计,备有比色杯,在620nm处测吸光度。

**6.5** 提取器, Soxhlet 或 Goldfish 提取器。

**6.6** 容量瓶,100毫升。

## **7 取样** 见 ISO 950。

## **8 步骤**

**8.1 样品的制备和测定** 用微型磨研磨20粒精米,过(6.3)筛(见注解1)。用甲醇(5.1)在 Soxhlet 提取器回流16小时,或用 Goldfish 提取器回流4小时,回流速度每秒5—6滴,(见注解2)。脱脂后,将米粉放在盘中或玻皿中放置二天,以便蒸发残留的甲醇,并使水份含量达到平衡(见注解2—5.7)

注解:1 如果要求样品量较大,可分次碾磨,最后全部混匀。

2 类脂与碘都可与直链淀粉形成复合物,可见脱脂米粉明显减少了类脂的干扰。

3 用85%(V/V)甲醇脱脂得到的结果,比正丁醇脱脂约低0.5%,但后者步骤繁琐。

**8.2 测定部分** 称 $100 \pm 0.5$ 毫克样品放入100毫升容量瓶。

**8.3 溶液制备** 用吸管小心加入1毫升乙醇(5.2)至100毫升容量瓶(8.2),洗下附着在瓶壁上的米粉,再用吸管加入9.0毫升、1摩尔/升氢氧化钠溶液,放置在室温下15—24小时,不要摇动。也可将溶液放在沸水浴中加热10分钟,然后冷却至室温。用水定容摇匀。

**8.4 空白测定** 作为对照的空白测定,按同样步骤,同样的试剂进行测定。仅以5.0毫升0.09mol/L 氢氧化钠溶液代替测定溶液。

## **8.5 校准曲线的制定**

**8.5.1 校准溶液的制备** 把直链淀粉(5.7)和支链淀粉(5.8)标准溶液以及0.09mol/L 氢氧化钠溶液按表1体积混合。

注解:对于日常分析,可用已知直链淀粉含量的脱脂米粉代替直链淀粉和支链淀粉悬浮液作校准。

## **8.5.2 显色**

分别吸取5.0毫升按表1制备的各种含量的标准溶液,加入5个约有50毫升水的100毫升容量瓶中,再加入1.0毫升醋酸(5.5)混匀,然后加入2.0毫升碘溶液(5.6),用水定容,混匀,放置20分钟。

**8.5.3 光吸收测定** 用分光光度计进行测定,以空白作对照,读取620nm处的吸收值。

表 1

直链淀粉和支链淀粉标准溶液混合比

精米中直链淀粉 (m/m) 干 基 百 分 比	混 合 物 组 成		
	直链淀粉 (5·7)	支链淀粉 (5·8)	0.09mol/LNaOH (5·4)
0	0	18	2
10	2	16	2
20	4	14	2
25	5	13	2
30	6	12	2

(1) 这些数值, 是以平均含淀粉 90% 的精米干基计算的。

8.5.4 校准曲线的绘制 以吸收值对精米干基百分率表示的直链淀粉含量作图, 绘制校准曲线。

#### 8.6 测定

8.6.1 显色 吸取 5.0 毫升测定溶液放入 100 毫升约含有 50 毫升水的容量瓶中, 以下步骤按 8.5.2 进行, 从加醋酸开始。

8.6.2 光吸收测定 在 620nm 处, 以空白作对照, 用分光光度计 (6.4) 测定吸收值。

8.7 测定次数 一个样品作两次平行测定。

9 结果表示 直链淀粉含量以干基百分率表示。以吸收值对应校准曲线, 查得其含量 (8.5.4)。取两次测定结果的算术平均值。

10 精密度 由国际水稻研究所组成 9 个国际间实验室参加试验, 每个品种作两次测定, 经统计得出结果 (按 ISO5725) 见表 2。

表 2

精 密 度

样 品	IR2071—137—5	IR3351—38—03	O4—63G	IR8	IR5
实验室数目	9	8	9	9	9
平均值	8.5	11.0	19.8	24.2	24.9
重复性标准偏差 (St)	0.24	0.36	0.43	0.38	0.38
重复变异系数	2.8%	3.3%	2.2%	1.6%	1.5%
重复精密度 ( $2.83 \times St$ )	0.70	1.0	1.2	1.1	1.1
再现性标准偏差 (SR)	0.90	0.60	1.3	0.8	1.3
再现性变异系数	10.3%	5.2%	6.5%	3.4%	5.4%
再现性精密度 ( $2.83 \times SR$ )	2.5	1.6	3.6	2.3	3.8

#### 11 测定报告

测定报告应包括采用的方法和所得的结果, 而且要提及本国际标准未特殊指出的部分或测定时选用的本标准中指明可选择性使用的操作方法, 任何有可能引起测定误差的细节也需指明。

测定报告应有样品的全部信息。

(李霞辉 译自 ISO 6647:1987 付宾孝 校)