



中华人民共和国国家标准

GB/T 35811—2018

林业生物质原料分析方法 淀粉测定

Method for analysis of forestry biomass—Determination of starch content

2018-02-06 发布

2018-09-01 实施

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局
中国国家标准化管理委员会 发布

中 华 人 民 共 和 国
国 家 标 准
林业生物质原料分析方法 淀粉测定
GB/T 35811—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2月第一版

*

书号: 155066 · 1-59003

版权专有 侵权必究

前 言

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本标准由国家林业局提出。

本标准由全国林业生物质材料标准化技术委员会(SAC/TC 416)归口。

本标准起草单位:华中农业大学、国际竹藤中心、湖北爱茵木塑制品有限责任公司、湖北三木木塑科技有限公司、厦门格灵生物技术有限公司。

本标准主要起草人:熊汉国、余雁、费本华、周曼、宋建军、桂斯斌、谭军、费鹏、陈磊、陈晓玲。

林业生物质原料分析方法 淀粉测定

1 范围

本标准规定了林业生物质原料中淀粉测定的术语和定义、原理、试剂、溶液配制、仪器设备、操作步骤、结果处理和表述、重复性。

本标准适用于包括林产品(如木材、竹材、藤材等)、林业剩余物(如枝丫、锯末、木屑、梢头、板皮和截头、果壳和果核等采伐剩余物和加工剩余物)等在内的林业生物质原料中淀粉的测定。

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 5009.3—2010 食品安全国家标准 食品中水分的测定

GB/T 6682—2008 分析实验室用水规格和试验方法

GB/T 30366—2013 生物质术语

3 术语和定义

GB/T 30366—2013 界定的以及下列术语和定义适用于本文件。为了便于使用,以下重复列出了GB/T 30366—2013 中的某些术语和定义。

3.1

林业生物质 forestry biomass

林业生产和加工过程中产生的生物质。主要包括林产品(如木材、竹材、藤材等)、林业剩余物(如枝丫、锯末、木屑、梢头、板皮和截头、果壳和果核等采伐剩余物和加工剩余物、造纸废弃物以及废弃木材)、能源林等。

[GB/T 30366—2013, 定义 2.1.3]

4 原理

将林业生物质中的干基淀粉在 α -淀粉酶作用下水解成小分子糖,经盐酸水解成具有还原性质的单糖,通过还原糖的含量可以换算出淀粉含量,因此可对淀粉进行定量分析。

5 试剂

5.1 除特殊规定试剂外,所有试剂为分析纯。

5.2 碘(I_2)。

5.3 碘化钾(KI)。

5.4 α -淀粉酶:活力单位 3 000~5 000。

5.5 无水乙醇(C_2H_5OH)。

- 5.6 甲苯(C_7H_8)。
- 5.7 三氯甲烷($CHCl_3$)。
- 5.8 盐酸(HCl)。
- 5.9 氢氧化钠(NaOH)。
- 5.10 二甲基亚砷(DMSO)。
- 5.11 水:应符合 GB/T 6682—2008 中三级水的要求。

6 溶液配制

- 6.1 淀粉酶溶液:称取 α -淀粉酶(活力单位 3 000~5 000)0.5 g,加 100 mL 水溶解,加入两到三滴甲苯或三氯甲烷,防止长霉。
- 6.2 碘溶液:称取 3.6 g 碘化钾溶于 20 mL 水中,加入 1.3 g 碘,溶解后加水稀释至 100 mL。
- 6.3 酚酞:称取 1 g 酚酞,溶解于 60 mL 浓度为 95%的乙醇中,加蒸馏水至 100 mL。
- 6.4 1 mg/mL 葡萄糖标准溶液:准确称取 0.1 g 在 100 °C 干燥至恒重的无水葡萄糖,加入少量水溶解后移入 100 mL 容量瓶中,加入 0.5 mL 盐酸(防止微生物生长),用水稀释至 100 mL。
- 6.5 95%乙醇:取 95 mL 无水乙醇,加水定容至 100 mL 混匀。
- 6.6 6 mol/L 盐酸:取 12 mol/L 盐酸 100 mL 加水稀释至 200 mL。
- 6.7 3,5-二硝基水杨酸溶液:称取 6.5 g 3,5-二硝基水杨酸溶于少量水中,移入 1 000 mL 容量瓶中,加入 2 mol/L 氢氧化钠溶液 325 mL,再加入 45 g 丙醇,摇匀,冷却后定容。
- 6.8 2 mol/L 氢氧化钠溶液:称取 8.00 g 氢氧化钠,加水溶解并定容至 100 mL。

7 仪器设备

- 7.1 植物粉碎机。
- 7.2 磁力搅拌机。
- 7.3 真空泵。
- 7.4 旋转蒸发器:自带有标准磨口接口的梨形或圆底烧瓶。
- 7.5 天平:感量分别为 0.01 g 和 0.000 1 g。
- 7.6 锥形瓶:容量为 250 mL;玻璃棒。
- 7.7 容量瓶:容量分别为 50 mL、100 mL、250 mL 和 1 000 mL。
- 7.8 抽滤装置:由玻璃砂芯漏斗、吸滤瓶和滤纸组成,用水泵或真空泵抽滤。
- 7.9 恒温水浴锅:能加热至 100 °C。
- 7.10 回流冷凝装置:能与 250 mL 圆底烧瓶瓶口相匹配的。
- 7.11 带塞比色管:带有五毫升刻度的 10 mL。
- 7.12 圆底烧瓶:容量为 250 mL。
- 7.13 紫外-可见光分光光度计。

8 操作步骤

8.1 制作标准曲线

- 8.1.1 定容:在 8 支 10 mL 的具塞试管中,分别加入 1 mg/mL 葡萄糖标准溶液(6.4)0 mL、1 mL、1.5 mL、2 mL、2.5 mL、3 mL、3.5 mL、4 mL,按照相应比例用水(5.11)进行定容稀释,得到一组浓度分别为 0 mg/mL、0.1 mg/mL、0.15 mg/mL、0.2 mg/mL、0.25 mg/mL、0.3 mg/mL、0.35 mg/mL、

0.4 mg/mL的葡萄糖系列标准液。然后,取 0 mg/mL、0.1 mg/mL、0.15 mg/mL、0.2 mg/mL、0.25 mg/mL、0.3 mg/mL、0.35 mg/mL、0.4 mg/mL 的葡萄糖标准溶液各 1 mL,分别置于干燥的 10 mL 比色管(7.11)中,各加入 3,5-二硝基水杨酸溶液 2 mL,置沸水浴中 5 min,然后以流水迅速冷却,加蒸馏水定容至 5 mL,摇匀。以 0 mol 管作参比,在 520 nm 处测定其吸光度值,并记录。

8.1.2 绘制标准曲线。

8.2 样品处理

8.2.1 取待测样品,用植物粉碎机(7.1)粉碎至全部通过 40 目孔筛,充分混合,保存备用。

8.2.2 样品水分含量的测定按 GB/T 5009.3—2010 执行。

8.2.3 称取试样(8.2.1)2 g~5 g(m_0 ,精确至 0.01 g)加入到装有 25 mL 乙醇(5.5)的试管中,放置 24 h,置于抽滤机上抽滤除去可溶性糖类,将残留物移入 250 mL 锥形瓶(7.6)内,并用 50 mL 水清洗滤纸及漏斗,洗液并入烧瓶内。

8.2.4 向烧瓶内加入 2 mL 二甲基亚砜(5.10),用磁力搅拌机(7.2)摇匀后在沸水浴加热 15 min,使淀粉糊化。

8.2.5 将糊化的试样放置冷却至 60 ℃以下后,加入 20 mL α -淀粉酶溶液(6.1),在恒温水浴锅(7.9)中(55±1)℃保温水解 40 min,并用玻璃棒搅拌。

8.2.6 取适量酶解液(8.2.5)滴加 1 滴碘液(6.2),若不显蓝色说明 解完成,可进行下一步操作,若显蓝色,再加入 20 mL α -淀粉酶溶液并继续水解,直至加碘不显蓝色为止。

8.2.7 将酶解完全的试样加热至沸腾,冷却至室温后移入 250 mL 容量瓶中,定容,摇匀,抽滤,弃去 20 mL 的初滤液后待用。

8.2.8 取 30 mL 滤液(8.2.7),置于 250 mL 圆底烧瓶(7.12),加入 3 mL 盐酸(6.6),安装回流冷凝管(7.10)在沸水浴 95 ℃~100 ℃中回流 40 min。冷却后滴加 1 滴酚酞指示剂(6.3),用氢氧化钠(6.8)滴至粉红色,溶液转入 50 mL 容量瓶中,洗涤锥形瓶,定容后摇匀备用。

8.3 样品测定

取已经制备好的样液 1 mL(8.2.8)置于干燥的 10 mL 比色管中,加入 2 mL 3,5-二硝基水杨酸(6.7)溶液,置沸水浴中 5 min,显色,然后以流水迅速冷却,加水定容至 5 mL,摇匀。用紫外-可见光分光光度计在 520 nm 处测定其吸光度值(若吸光值不在规定范围内,需在 8.2.8 定容后容量瓶取出部分滤液常温旋蒸浓缩),由标准曲线查出样品中还原糖含量,并计算出淀粉含量。

9 结果处理和表述

9.1 试样中淀粉的干基含量(X)以质量分数表示,按式(1)计算:

$$X = \frac{0.9 \times (m_1 \times m_2)}{m_0 \times \frac{1}{50} \times \frac{30}{250} (1 - \omega) \times 1\,000} \times 100 \dots\dots\dots (1)$$

式中:

X ——试样中淀粉的干基含量,%;

m_1 ——从标准曲线上读得的还原糖(以葡萄糖计)质量,单位为毫克(mg);

m_2 ——试剂空白相当于还原糖(以葡萄糖计)质量,单位为毫克(mg);

m_0 ——试样质量,单位为克(g);

ω ——试样水分含量,%;

0.9——还原糖(以葡萄糖计)换算成淀粉的换算系数。

9.2 每份样品应平行测定两次,平行试样测定的结果符合重复性要求时,取其算术平均值作为结果,测定结果保留到小数点后两位。

10 重复性

在同一实验室,由同一操作者使用相同的仪器设备,按相同测试方法,在短的时间内通过对同一被测样品相互独立进行测定,并且计算得出百分平均值绝对偏差小于5%,则测定结果的重复性可以接受。

11 试验报告

试验报告至少应包括以下信息:

- a) 样品信息:试验或测试样品的名称、种类、尺寸、数量、取样信息等;
 - b) 所使用的标准,包括标准名称、标准号;
 - c) 试验结果;
 - d) 试验中观察到的异常现象;
 - e) 试验人员、日期。
-

