



中华人民共和国国家标准

GB/T 20376—2006/ISO 11543:2000

变性淀粉中羟丙基含量的测定 质子核磁共振波谱法

Modified starch—Determination of hydroxypropyl content—
Method using proton nuclear magnetic resonance (NMR) spectrometry

(ISO 11543:2000, IDT)



061214000047

2006-03-14 发布

2006-10-01 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

前 言

本标准等同采用 ISO 11543:2000《变性淀粉中羟丙基含量的测定——质子核磁共振波谱法》(英文版),其内容和结构与 ISO 11543:2000 一致。

本标准的附录 A 为资料性附录。

本标准由中国商业联合会提出。

本标准由中国商业联合会商业标准中心归口。

本标准起草单位:江南大学食品学院、吉林淀粉批发市场、中国淀粉工业协会变性淀粉专业委员会。

本标准主要起草人:顾正彪、洪雁、张燕萍、陈洪兴、钟立满、周心怡。

变性淀粉中羟丙基含量的测定

质子核磁共振波谱法

1 范围

本标准规定了用核磁共振波谱法(NMR)测定颗粒状变性淀粉中羟丙基含量的方法。

2 规范性引用文件

下列文件中的条款通过本标准的引用而成为本标准的条款。凡是注日期的引用文件,其随后所有的修改单(不包括勘误的内容)或修订版均不适用于本标准,然而,鼓励根据本标准达成协议的各方研究是否可使用这些文件的最新版本。凡是不注日期的引用文件,其最新版本适用于本标准。

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法

ISO 1666:1996 淀粉 水分含量测定 烘箱法

3 原理

变性淀粉在氯化氘的重水溶液中被部分水解。测出羟丙基官能团中甲基基团上的三个质子的信号。采用3-三甲基硅烷基-1-丙磺酸的钠盐作为内标。

4 试剂和材料

所有试剂均为分析纯。

4.1 水:所用的水需符合 GB/T 6682 规定的三级以上,无二氧化碳。

4.2 重水:纯度 $\geq 99.8\%$,贮存于 25 mL 备有螺纹盖的瓶中。

4.3 重水:纯度 $\geq 99.95\%$,贮存于 0.75 mL 密封的安瓿中。

4.4 氯化氘(DCl)溶液: $c=2$ mol/L。

用 5 mL 重水稀释 1 mL 质量分数为 38%的氯化氘溶液。

4.5 内标溶液

内标由同时称量标准品和溶剂制备而得。

称取大约 50 mg 3-三甲基硅烷基-1-丙磺酸(TSPSA)钠(CAS No. 2039-96-51)(精确至 0.1 mg),溶解于约 5 g(精确至 0.1 mg)重水(4.2)中,贮存于密封瓶中。

5 仪器

一般实验仪器和专用仪器:

5.1 分析天平:精确至 0.1 mg。

5.2 烧杯:400 mL。

5.3 布氏抽滤瓶和布氏漏斗。

5.4 真空烘箱:配备真空泵以维持压力不超过 10 kPa。

5.5 试管:5 mm(NMR 用),配备可在旋转中记录下光谱的旋转器。

5.6 微量吸液器:精度为 0.05 mL 的 5 mL 和精度为 0.001 mL 的 0.1 mL 和 0.05 mL。

5.7 沸水浴锅。

5.8 核磁共振波谱仪:最小频率为 60 MHz,能呈现质子光谱并完成定量分析。