

ICS 71.080.20
G 17
备案号:20515—2007

HG

中华人民共和国化工行业标准

HG/T 3933—2007

工业用氧化淀粉

Oxidied starch for industrial use

2007-04-13 发布

2007-10-01 实施

中华人民共和国国家发展和改革委员会 发布

前 言

本标准由中国石油和化学工业协会提出。

本标准由全国化学标准化技术委员会有机分会(SAC/TC63/SC2)归口。

本标准起草单位:广西明阳生化科技股份有限公司。

本标准参加起草单位:黑龙江昊天玉米开发有限公司、北海宏泉淀粉科技有限公司、廊坊友谊淀粉有限公司。

本标准主要起草人:刘洁、玉琼广、韦爱芬、王福标、潘浩。

工业用氧化淀粉

1 范围

本标准规定了工业用氧化淀粉的要求、试验方法、检验规则及标志、包装、运输、贮存。

本标准适用于以木薯淀粉、玉米淀粉、马铃薯淀粉为主要原料加工而制成的工业用氧化淀粉的生产、检验和销售。该产品主要用于除食品工业外的造纸、纺织、建材等工业中,作为施胶剂、胶黏剂、上浆剂和黏合剂等。

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 191—2000 包装储运图示标志(eqv ISO 780 : 1997)

GB/T 601—2002 化学试剂 标准滴定溶液的制备

GB/T 603—2002 化学试剂 试验方法中所用制剂及制品的制备(neq ISO 6353—1 : 1982)

GB/T 1250 极限数值的表示方法和判定方法

GB/T 6003.1—1997 金属丝编织网试验筛(eqv ISO 3310/1 : 1990)

GB/T 6678—2003 化工产品采样总则

GB/T 6682—1992 分析实验室用水规格和试验方法(eqv ISO 3696 : 1987)

GB/T 9724—1988 化学试剂 pH 值测定通则

GB/T 12309—1990 工业玉米淀粉

GB/T 12095 淀粉斑点测定方法

GB/T 12096 淀粉细度测定方法

GB/T 12097 淀粉白度测定方法

ISO 3946 : 1982 《淀粉及其衍生物——总磷含量测定——分光光度法》(Starches and derived products—Determination of total phosphorus content—Spectrophotometric method)

3 分类和命名

工业用氧化淀粉按原料淀粉来源的不同进行分型。以玉米淀粉为原料时命名为玉米氧化淀粉,以木薯淀粉为原料时命名为木薯氧化淀粉,以马铃薯淀粉为原料时命名为马铃薯氧化淀粉。

4 要求

4.1 外观:白色粉末,无机械杂质。

4.2 工业用氧化淀粉的质量应符合表 1 所示的技术要求。

表 1 技术要求

项 目		指 标		
		玉米氧化淀粉	木薯氧化淀粉	马铃薯氧化淀粉
细度(R40/3, $\phi 200 \times 50/0.15$ mm 试验筛, 过筛率)/%	优等品	99.8		
	一等品	99.5		
	合格品	99.0		
水分的质量分数/%	优等品	14.0	18.0	
	一等品	15.0	20.0	
	合格品			
白度(457 nm 光反射率)/%	优等品	92.0		
	一等品	90.0		
	合格品	88.0		
斑点/(个/cm ²)	优等品	1.0	3.0	
	一等品	1.5	5.0	
	合格品	2.0	9.0	
灰分的质量分数/%	优等品	1.5	0.6	
	一等品	2.0	0.8	
	合格品	2.5	1.2	
pH 值(50 g/L 淀粉乳)	优等品	5.0~8.0		
	一等品			
	合格品			
黏度, 6 g/100g 淀粉糊液, 55 ℃, (mPa·s)	优等品	4.0~80.0		
	一等品			
	合格品			
羧基的质量分数(以 COOH 计)/%	优等品	0.1		
	一等品			
	合格品			

5 试验方法

除非另有说明,在分析中仅使用确认为分析纯的试剂和 GB/T 6682 中规定的三级水,分析中所用标准滴定溶液、制剂及制品,在没有注明其他要求时,均按 GB/T 601、GB/T 603 的规定制备。

5.1 外观

取 10 g~15 g 实验室样品,置于 9 cm 培养皿中,摊平,目视检查。

5.2 细度的测定

5.2.1 仪器

试验筛;R40/3, $\phi 200$ mm \times 50 mm/0.15 mm,附有筛底与筛盖。试验筛应符合 GB/T 6003.1 的要求。

5.2.2 分析步骤

按 GB/T 12096 的规定进行。

5.3 水分的测定

按 GB/T 12309—1990 中 4.3.1 的规定进行。

取两次平行测定结果的算术平均值为测定结果。两次平行测定结果的绝对差值不大于 0.2 %。

5.4 白度的测定

按 GB/T 12097 的规定进行,在波长 457 nm 处进行测定。

取两次平行测定结果的算术平均值为测定结果。两次平行测定结果的绝对差值不大于 0.5 %。

5.5 斑点

按 GB/T 12095 的规定进行。

5.6 灰分的测定

按 GB/T 12309 中 4.3.5 的规定进行。

取两次平行测定结果的算术平均值为测定结果。两次平行测定结果的绝对差值不大于 0.05 %。

5.7 pH 值的测定

按 GB/T 9724 的规定进行。称取 5 g 实验室样品,精确至 0.01 g,加 95 mL 无二氧化碳的水,搅拌 10 min,混合均匀后进行测定。

5.8 黏度的测定

5.8.1 方法提要

将试样(干基)制成 6 g/100 g 淀粉乳液,搅拌均匀,加温至 95 ℃,保温 20 min,冷却至 55 ℃,用 Brookfield 黏度计(LV 型)或 NDJ-1 型旋转黏度计测定此时淀粉糊液的黏度值,单位 $\text{mPa} \cdot \text{s}$ 。

5.8.2 仪器

5.8.2.1 Brookfield 黏度计(LV 型)。

5.8.2.2 NDJ-1 型旋转黏度计。

5.8.2.3 天平;分度值 0.01 g。

5.8.2.4 电动搅拌器;转速可调节。

5.8.2.5 冷凝管。

5.8.2.6 三口烧瓶;1 000 mL。

5.8.2.7 恒温水浴;可控制温度 0 ℃~100 ℃,分度值 0.1 ℃。

5.8.3 分析步骤

称取按 5.3 所测水分换算的干基试样(36 ± 0.01) g,置于烧杯中,加水至乳液质量为 600 g,搅拌均匀。将淀粉乳液移入三口烧瓶中,置于恒温水浴上,并安装电动搅拌器和冷凝管,密闭三口烧瓶。

开启冷凝水、恒温水浴和电动搅拌器,搅拌速度为 200 r/min,水浴加热至淀粉糊液温度升到 95 ℃开始计时,在 95 ℃下保温 20 min,取出转入烧杯中,冷却。选定使用的黏度计,在 55 ℃条件下,采用 1# 转子、转速 60 r/min 进行测定,读取 55 ℃时淀粉糊液的黏度值。

5.8.4 分析结果的表述

报告试验结果时,应注明选用的黏度计型号。

取两次平行测定结果的算术平均值为测定结果。两次平行测定结果的绝对差值不大于这两个测定值的算术平均值的 5 %。

5.9 羧基含量测定

5.9.1 方法提要

在样品中加入盐酸,搅拌,使羧酸盐转变成羧酸的形式,过滤,用水洗去阳离子和多余的盐酸,洗涤后的试样用水溶解并加热搅拌,直到淀粉糊化,用氢氧化钠标准滴定溶液滴定,计算得到以干基计的羧基含量。

5.9.2 仪器

5.9.2.1 磁力搅拌器。

5.9.2.2 机械搅拌器。

5.9.2.3 吸滤瓶;带有玻璃砂芯漏斗或布氏漏斗($\phi 55$ mm,内衬中速滤纸)。

5.9.2.4 恒温水浴。

5.9.3 试剂

5.9.3.1 盐酸溶液:9+1 000。

5.9.3.2 硝酸银溶液:10 g/L。

5.9.3.3 氢氧化钠标准滴定溶液:0.1 mol/L。

5.9.3.4 酚酞指示液, 1 g/L。

5.9.4 分析步骤

称取约 5 g 实验室样品, 精确至 0.000 1 g, 置于 100 mL 烧杯中, 加 25 mL 盐酸溶液, 用磁力搅拌器搅拌 30 min, 然后用吸滤瓶过滤溶液, 用水洗涤滤饼直至滤液中无氯离子(约用 300 mL 水), 通过加入 1 mL 硝酸银溶液到 5 mL 滤液中检验是否存在氯离子(如有氯离子, 1 min 之内出现浑浊)。将滤饼定量转移到装有 100 mL 水的 600 mL 烧杯中, 再加入 200 mL 水, 将烧杯放入沸腾的恒温水浴中, 用机械搅拌器连续搅拌直到淀粉糊化, 再继续搅拌 15 min。取出烧杯趁热以酚酞作指示剂, 用氢氧化钠标准滴定溶液滴定至粉红色, 30 s 不褪色为终点。

5.9.5 结果计算

5.9.5.1 计算

羧基含量(以干基计)的质量分数 w , 数值以百分数表示, 按式(1)计算:

$$w = \frac{c(V/1\,000)M}{m} \times \frac{100}{100 - w_m} \times 100 \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中:

V ——试料消耗氢氧化钠标准滴定溶液(5.9.3.3)的体积的数值, 单位为毫升(mL);

c ——氢氧化钠标准滴定溶液的浓度的准确数值, 单位为摩尔每升(mol/L);

m ——试料的质量的数值, 单位为克(g);

M ——羧基的摩尔质量的数值, 单位为克每摩尔(g/mol) ($M=45.02$);

w_m ——由 5.3 测得的以质量分数表示的水分的数值, 单位为百分数(%)。

5.9.5.2 计算结果的校正

玉米氧化淀粉的计算结果需进行脂肪含量的校正。脂肪含量校正一般采用从计算结果中扣除 0.1%(质量分数); 或先将实验室样品用(3+1)的丙酮和水混合物采用索氏抽提法脱脂再测定。

马铃薯氧化淀粉的计算结果需进行磷酸盐校正。磷酸盐测定方法采用 ISO 3946:1982, 以 w_p 表示磷酸盐质量分数。计算结果减去 $3w_p$ 校正羧基含量。

5.9.6 允许差

取两次平行测定结果的算术平均值为测定结果。两次平行测定结果的绝对差值不大于这两个测定值的算术平均值的 15%。

6 检验规则

6.1 检验分出厂检验和型式检验。

6.1.1 出厂检验项目为第 4 章要求中的外观、细度、白度、水分、灰分、斑点、pH 值和黏度, 应逐批进行检验。

6.1.2 型式检验项目为第 4 章要求中规定的全部项目。在正常生产情况下, 每三个月至少进行一次型式检验。有下列情况之一时, 也应进行型式检验。

- a) 更新关键生产工艺。
- b) 主要原料有变化。
- c) 停产又恢复生产。
- d) 出厂检验结果与上次型式检验有较大差异。
- e) 合同规定。

6.2 同一工艺条件、同一生产班次或同一生产釜生产的产品量为一批。

6.3 按照 GB/T 6678—2003 的规定确定采样单元数。每一塑料编织袋为一包装单元。采样时, 从每个选取的包装单元的上方斜插至料层深度的 3/4 处, 用采样器取出不少于 50 g 的样品, 将所采的样品

混匀后,按四分法缩分至约 1 000 g,立即装入两个清洁干燥的广口瓶中密封,贴上标签,注明:产品名称、型号、批号、生产厂家、取样日期和取样者姓名。一瓶供检验用,另一瓶保存备查。

6.4 工业用氧化淀粉由生产厂的质量监督检验部门按本标准的规定进行检验。生产厂应保证出厂产品均符合本标准要求。每批出厂的产品都应附有一定格式的质量证明书,内容包括:生产厂名称、产品名称、产品等级、批号或生产日期和本标准标号。

6.5 分析结果的最终表示,应和技术要求的量值的位数一致。

6.6 检验结果按 GB/T 1250 规定的修约值比较法判定。检验结果如有一项指标不符合本标准要求时,应重新自两倍量的包装袋中取样进行复检。复检结果即使只有一项指标不符合本标准要求时,则整批产品应作降等或不合格处理。

7 标志、包装、运输、贮存

7.1 工业用氧化淀粉包装袋上应有牢固清晰的标志,内容包括:生产厂名称、厂址、产品名称、型号、等级、注册商标、净含量、批号或生产日期和本标准编号,以及 GB/T 191—2000 中规定的“怕雨”、“怕晒”、“禁用手钩”标志。

7.2 工业用氧化淀粉应采用双层包装,内包装采用聚乙烯薄膜袋,外包装为塑料编织袋或纸袋,也可根据用户要求包装。包装袋口密封完好,保证运输和贮存过程中无破漏现象发生。每袋净含量 25 kg、50 kg,或根据用户要求进行包装。

7.3 工业用氧化淀粉的运输设备应洁净、干燥。运输时,必须用篷布遮盖,整个运输过程中应避免受湿、受潮,始终保持洁净、干燥。装卸时应轻拿轻放,严禁直接钩、扎包装袋。

7.4 工业用氧化淀粉的贮存场所应保持清洁、阴凉、通风干燥,防湿、防潮,产品包装应堆放在离地 100 mm 的垫板上,堆垛四周应离墙 500 mm 以上。

7.5 工业用氧化淀粉在上述贮存条件下,自生产日期计起,保质期为 18 个月。逾期可重新检验是否符合本标准的要求,合格可继续使用。
