



543

中华人民共和国国家标准

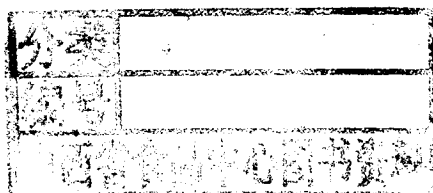
GB/T 10361—2008
代替 GB/T 10361—1989



小麦、黑麦及其面粉，杜伦麦及其粗粒粉 降落数值的测定 Hagberg-Perten 法

Wheat, rye and respective flours, durum wheat and durum wheat semolina—
Determination of the falling number according to Hagberg-Perten

(ISO 3093: 2004, MOD)



2008-11-04 发布

2009-01-01 实施

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局 发布
中国国家标准化管理委员会

前 言

本标准修改采用 ISO 3093:2004《小麦、黑麦及其面粉,杜伦麦及其粗粒粉 降落数值的测定 Hagberg-Perten 法》(英文版)。

本标准与 ISO 3093:2004 的主要差异如下:

- 试验筛筛孔基本尺寸的要求按 GB/T 6005(GB/T 6005—1997,eqv ISO 565:1990);
- 金属丝编织网试验筛的要求按 GB/T 6003.1(GB/T 6003.1—1997,eqv ISO 3310-1:1990);
- 分析实验室用水规格要求按 GB/T 6682(GB/T 6682—2008,ISO 3696:1987,MOD)。

为了便于使用,本标准进行了下列编辑性修改:

- 删除国际标准的前言;
- 将“本国际标准”改为“本标准”;
- 用小数点“.”代替原文中作为小数点的“,”;
- 对有关公式进行了编号;
- 原文中 9.4.2 中液化数值的计算公式 $NL=6\ 000/(IC-50)$ 有误,将“NL”改为“LN”;“IC”改为“FN”。

本标准代替 GB/T 10361—1989《谷物降落数值测定法》。

本标准与 GB/T 10361—1989 相比的主要变化如下:

- 增加了方法的适用范围;
- 增加了液化值的概念;
- 规定了具体的粉碎样品操作过程;
- 增加了不同海拔高度地区的校正公式及降落数值和液化数值之间的换算公式;
- 修改了精密度要求;
- 增加了附录 A(降落数值按海拔高度校正的公式)和附录 B(实验室间的测定结果)。

本标准的附录 A 为规范性附录,附录 B 为资料性附录。

本标准由国家粮食局提出。

本标准由全国粮油标准化技术委员会归口。

本标准起草单位:国家粮食局科学研究院、上海嘉定粮油仪器有限公司。

本标准起草人:田晓红、薛雅琳、庄健、谭洪卓、谭斌、刘明。

本标准所代替标准的历次版本发布情况为:

- GB/T 10361—1989。

小麦、黑麦及其面粉,杜伦麦及其粗粒粉 降落数值的测定 Hagberg-Perten 法

1 范围

本标准规定了采用降落数值法对谷物中 α -淀粉酶的活性进行测定的方法。

本标准适用于谷物,特别适用于小麦、黑麦及其面粉、杜伦麦及其粗粒粉。本标准中规定了全杜伦麦粗粒粉和全麦粉的粒度。

本标准不适用于低 α -淀粉酶活性的测定,有关方法可参照 ISO 7973。

通过将降落数值换算为液化值(LN),可推算生产对降落数值有要求的产品所需的谷物、面粉或粗粒粉的混合物组成。

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 6005 试验筛 金属丝编织网、穿孔板和电成型薄板筛孔的基本尺寸(GB/T 6005—1997, eqv ISO 565:1990)

GB/T 21305 谷物及谷物制品水分的测定 常规法(GB/T 21305—2007, ISO 712:1998, IDT)

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

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

3 术语和定义

下列术语和定义适用于本标准。

3.1

降落数值 falling number

FN

在粘度管中面粉或粗粒粉与水的混合物加热得到糊化物,糊化物在 α -淀粉酶作用下发生液化。使搅拌器通过该糊化物,测定其通过特定距离的时间即为降落数值,以秒计。

注:时间是从粘度管浸入到水浴中开始计算的。

3.2

液化值 liquefaction number

LN

经简单计算将降落数值(FN)转换的值,用于推算生产时降落数值有要求的产品所需的谷物面粉或粗粒粉的混合物组成。

注:与降落数值不同,液化值(LN)的数值是可以加和的。

4 原理

面粉、粗粒粉和全麦粉的悬浮液在沸水浴中被迅速糊化,因糊化物中 α -淀粉酶活性的不同而使其

中的淀粉不同程度地被液化,液化程度不同,粘度搅拌器在糊化物中降落特定距离所需要的时间不同。因此,降落数值的高低表明了相应的 α -淀粉酶活性的差异,降落数值高表明 α -淀粉酶的活性低,反之则表明 α -淀粉酶活性高。

5 试剂

水为蒸馏水或去离子水,符合 GB/T 6682 中三级水的要求。

6 仪器

实验室常规仪器,特别是以下仪器设备:

6.1 降落数值测定仪¹⁾,包含以下部件:

6.1.1 水浴装置:由整体加热单元、冷却系统和水位指示器组成。

6.1.2 电子计时器。

6.1.3 粘度搅拌器:金属制,能在硬橡胶中自如地转动。

6.1.4 精制粘度管:由特种玻璃制成。

——内径为 $21.00\text{ mm}\pm 0.02$

——外径为 $23.80\text{ mm}\pm 0.25$

——内高为 $270.0\text{ mm}\pm 0.3\text{ mm}$

6.1.5 橡胶塞:与粘度管配合。

6.2 自动加液器或移液管:容量为 $2\text{ mL}\pm 0.2\text{ mL}$ 。

6.3 分析天平:分度值 0.01 g 。

6.4 实验磨²⁾:锤子配有孔径为 0.25 mm 的筛网,筛网符合 GB/T 13600 中规定的粒度要求。应使用混合好的谷物样品(如 8.1.2 中的样品)检查实验磨的性能。

实验磨应安装有切料装置,特别适用于水分小麦样品。

6.5 检验筛:孔径 $80\text{ }\mu\text{m}$,应符合 GB/T 6003.1 的规定。

7 扦样

扦样不是本标准规定的內容,推荐采用 ISO 13690。

实验室收到的样品应具有代表性,在运输或储存过程中不得受损或改变。实验室中样品的储藏时间和储存条件对降落数值有重要影响。

8 试样制备

8.1 整粒谷物样品

8.1.1 除杂

从实验室样品中分取 300 g 有代表性的样品,清除样品中的杂质(例如:砂石、尘土、皮壳或其他谷物)。

1) Perten 公司生产的有粘度搅拌器的降落数值测定仪是目前应用最为广泛的测定谷物降落数值的仪器。仪器有专利权。提供此信息仅为了方便本标准的使用者,而并不是 ISO 对该仪器的认可。任何可以得到与其方法结果相同的仪器均可使用。

2) 可使用 Perten 公司生产的 3 100 和 120 磨。提供此信息仅是为了方便本标准的使用者,而并不是 ISO 对该仪器的认可。任何可以得到与其方法结果相同的仪器均可使用。

大约 200 g 的小样量,可提供较少的重复性结果,一般用于常规检验。

如果样品量少于 200 g,则易增加错误结果的几率。

8.1.2 粉碎样品

向实验磨中进料要小心,以防止过载或过热,可以利用自动加样装置。当全部样品进入到实验磨中后继续研磨 30 s~40 s,研磨后若残留在磨膛中的麸皮颗粒不超过总质量的 1%,则可舍弃这些麸皮。所有的粉碎样品在使用前要充分混合。

在进行测试前将粉碎后的样品(特别是在连续粉碎的情况下)在室温下冷却 1 h 以上。

8.1.3 全麦粉粒度

警告:全麦粉的颗粒大小对降落数值有影响。

粉碎后的样品应符合表 1 的粒度大小分布要求。

表 1 全麦粉颗粒分布要求

筛孔尺寸/ μm	筛下物/%
710(CQ10)	100
500(CQ14)	95~100
210~200(CQ30)	≤ 80

要定期对粉碎样品(8.1.2)的粒度大小分布进行检验。

粒度大小分布可按下述方法进行检验。按照表 1 的规定,选择合适的样品筛,依筛孔尺寸逐级减小的原则从上到下放置样品筛,最下层为筛底。称取具有代表性的样品 50 g,放入最上层的筛子。水平方向筛动,手工筛理,筛理时间不少于 5 min,若电动筛理,则筛理时间不少于 10 min,筛理至无样品通过筛层。称量存留在每个筛层上的样品质量,计算通过每个筛层的样品的百分数。

8.2 面粉和粗粒粉样品

面粉中应不含有团块,如有团块,可用检验筛(6.5)筛除面粉中的团块和其他杂质。

对于市售的全麦粉或粗粒小麦粉,为制备符合表 1 中粒度大小分布要求的测试样品,应用实验磨(6.4)研磨样品,样品测定前将研磨后的所有样品完全混合。

9 操作步骤

9.1 水分测定

降落数值法的测定是基于小麦粉或其他粉碎样品中含有 15% 的水分含量。

按 GB/T 21305 测定试验样品的水分含量,也可使用经 GB/T 21305 校准过的快速仪器法(近红外反射法)。

9.2 称样

同时测定两份样品,或者测完一份立即测定另外一份。

为确保测定降落数值的样品具有相同的干物质,不同水分含量的样品所要称取的样品量见表 2 第 2 列。

需要区别有较高 α -淀粉酶活性的样品(如黑麦)的降落数值差异,可根据表 2 第 3 列来称取相应的样品量。

称量精确到 0.05 g。

表 2 称样量与水分含量的关系

水分含量/ %	称样量/g		水分含量/ %	称样量/g	
	相当于含水量 15%时的 7 g 试样量	相当于含水量 15%时的 9 g 试样量		相当于含水量 15%时的 7 g 试样量	相当于含水量 15%时的 9 g 试样量
(1)	(2)	(3)	(1)	(2)	(3)
9.0	6.40	8.20	13.6	6.85	8.80
9.2	6.45	8.25	13.8	6.90	8.85
9.4	6.45	8.25	14.0	6.90	8.85
9.6	6.45	8.30	14.2	6.90	8.90
9.8	6.50	8.30	14.4	6.95	8.90
10.0	6.50			6.95	8.95
10.2	6.55			7.00	8.95
10.4	6.55			7.00	9.00
10.6	6.55			7.00	9.05
10.8	6.60		15.4	7.05	9.05
11.0	6.60	8.45	15.6	7.05	9.10
11.2	6.60	8.50	15.8	7.10	9.10
11.4	6.65	8.50	16.0	7.10	9.15
11.6	6.65	8.55	16.2	7.15	9.20
11.8	6.70		16.4	7.15	9.20
12.0	6.70		16.6	7.15	9.25
12.2	6.75		16.8	7.20	9.25
12.4	6.75		17.0	7.20	9.30
12.6	6.80	8.65	17.2	7.25	9.35
12.8	6.80	8.70	17.4	7.25	9.35
13.0	6.80	8.70	17.6	7.30	9.40
13.2	6.80	8.75	17.8	7.30	9.40
13.4	6.85	8.80	18.0	7.30	9.45

9.3 降落数值测定

9.3.1 向水浴装置(6.1.1)内加水至标定的溢出线。开启冷却系统,确保冷水流过冷却盖。打开降落数值测定仪的电源开关,加热水浴,直至水沸腾。在测定前和整个测定过程中要保证水浴剧烈沸腾。

9.3.2 将称量好的试样(9.2)移入干燥、洁净的粘度管(6.1.4)内。用自动加液器(6.2)加入 25 mL ± 0.2 mL 温度为 22 °C ± 2 °C 的水(第 5 章)。

9.3.3 立即盖紧橡胶塞(6.1.5),上下振摇 20 次~30 次,得到均匀的悬浮液³⁾,确保粘度管靠近橡胶塞的地方没有干的面粉或粉碎的物料。如有干粉,稍微向上移动橡胶塞,重新摇动。

3) 由 Perten 公司生产的自动震荡装置可方便的使悬浮液均质。提供此信息仅是为了方便本标准的使用者,而不是 ISO 对该仪器的认可。

9.3.4 拔出橡胶塞(6.1.5),将残留在橡胶塞底部的所有残留物都刮入粘度管(6.1.4)中,使用粘度搅拌器(6.1.3)将附着在试管壁的所有残留物都刮进悬浮液中后,将粘度搅拌器放入粘度管。双试管的仪器,应于30 s内完成9.3.2~9.3.4的操作,然后同时进行两个粘度管的测试。

9.3.5 立即把带粘度搅拌器(6.1.3)的粘度管(6.1.4)通过冷却盖上的孔放入沸水浴中,按照仪器说明书的要求,开启搅拌头(单头或双头),仪器将自动进行操作并完成测试。当粘度搅拌器到达凝胶悬浮液的底部测定全部结束。记录电子计时器(6.1.2)上显示的时间,此时间即为降落数值(FN)。

9.3.6 转动搅拌头或按压“停止”键,缩回搅拌头,小心地将热粘度管连同搅拌器从沸水浴中取出。彻底清洗粘度管和搅拌器并使其干燥。保证橡胶塞顶部的凹窝里没有残留物质,否则会影响粘度搅拌器的下降,同时要保证粘度搅拌器在下次使用时是干燥的。

9.4 结果计算

9.4.1 降落数值(FN)

降落数值受水的沸点影响,而水的沸点和实验室的大气压和海拔高度相关。因此,未校准水的沸点会导致错误的结果。

实验室位于海拔600 m以下,小麦粉或粗粒小麦粉样品的降落数值测定结果不需要校正。海拔750 m以下,小麦粉或粗粒小麦粉样品的降落数值测定结果不需要校正。

若实验室的海拔高度在上述范围之外,应根据附录A中适合的校正公式进行计算,以得到正确的降落数值结果。

如果测定结果重复性和再现性符合表3和表4的要求,则一个测定结果的算术平均值作为最终测定结果。

9.4.2 液化值(LN)

降落数值和淀粉酶活性之间存在非线性关系,降落数值不能用来计算谷物、小麦粉和粗粒粉混合物的成分。用式(1)将降落数值(LN)换算为液化数值(LN)。非线性关系可以转变成线性关系,就可以计算谷物、小麦粉和粗粒粉混合物的理论降落数值。

$$\text{LN} = \frac{FN - 6000}{50} \quad (1)$$

式中:

FN——降落数值;

6 000——常数;

50——常数,单位为秒(s),是淀粉完全凝胶成易被酶分解的样品所需要的估计时间。

市售面粉的液化数值与淀粉酶活性在正常范围内是成正比的。

10 精密度

10.1 实验室间的测试

附录B汇总了本方法精密度的实验室间测试情况。从这些测试中得到的值可能不适用于其他含量范围和其他测试对象。

10.2 重复性

在同一实验室,由同一操作者使用相同设备,按相同的测试方法,并在短时间内对同一被测对象相互独立进行测试获得的两次独立测试结果的绝对差值大于表3和表4所示重复性限值(r)的情况不超过5%。

表 3 进行小麦粉测定时的重复性限和再现性限(来自表 B.1 推论)

单位为秒

降落数值	重复性限 r	再现性限 R
60~199	5	10
200~229	9	24
230~259	12	27
260~289	15	30
290~319	19	33
320~349	22	36
350~379	25	39
380~409	28	42
410~439	31	45
440~469	35	48
470~499	38	51
≥ 500	40	60

表 4 进行全麦粉测定时的重复性限和再现性限(来自表 B.2 推论)

单位为秒

降落数值	重复性限 r	再现性限 R
60~79	10	10
80~109	13	21
110~139	15	30
140~169	17	38
170~199	19	46
200~229	21	54
230~259	23	62
260~289	25	70
290~319	27	78
320~349	30	86
350~379	32	94
≥ 380	40	100

如果两个测试的结果超过限定值,应再进行两次测试。

10.3 再现性

在不同的实验室,由不同的操作者使用不同的设备,按相同的测试方法,对同一被测对象相互独立进行测试获得的两次独立测试结果的绝对差值大于表 3 所示再现性限值(R)的情况不超过 5%。

11 测试报告

测试报告应详细说明:

- 测试样品所需的所有相关信息;
- 若已知扦样方法,则注明;
- 本标准所涉及的测定方法,尤其是测试样品的质量;
- 本标准中没有具体说明的,或者被认为是可选性的,以及所有可能影响了测试结果的操作细节;
- 得到的实验结果,是否对海拔高度做过任何校正;
- 测定结果,如果进行了重复性试验,则列出最终结果。

附录 A
(规范性附录)

降落数值按海拔高度校正的公式

A.1 全麦粉样品

实验室位于海拔 600 m(2 000 ft)以上,此时水浴的沸点低于 98 °C,可用式(A.1)校正降落数值(F_n):

$$F_n = 10^X \dots\dots\dots (A.1)$$

式中:

$$X = 1.0 \times \lg F_{alt} - 1.63697 \times 10^{-4} \times A + 2.63576 \times 10^{-8} \times A^2 + 5.75030 \times 10^{-5} \times \lg F_{alt} \times A - 1.069223 \times 10^{-9} \times \lg F_{alt} \times A^2$$

F_n ——根据海平面值计算的降落数值;

F_{alt} ——在给定的海拔高度所测定的降落数值;

A ——实验室的海拔高度,即海平面以上的高度。如果海拔高度以英尺表示,则使用换算系数 3.28,将米换算为英尺。

A.2 面粉和粗粒小麦粉

实验室位于海拔 750 m(2 500 ft)以上,此时水浴的沸点低于 98 °C,可用式(A.2)校正降落数值(F_n):

$$\dots\dots\dots (A.2)$$

式中:

$$X = -849.17 + 0.4256 \times F_{alt} + 454.19 \times \lg F_{alt} - 0.2129 \times 10^{-7} \times \lg F_{alt} \times A^2$$

F_n ——根据海平面值计算的降落数值;

F_{alt} ——在给定的海拔高度所测定的降落数值;

A ——实验室的海拔高度,即海平面以上的高度。如果海拔高度以英尺表示,则使用换算系数 3.28,将米换算为英尺。

用 A.1 和 A.2 所给的公式计算的降落数值也可用一个换算表表示,在换算表中有实际的海拔高度和降落数值,通过查表,得到校正后的降落数值。



附录 B
(资料性附录)
实验室间的测定结果

B.1 小麦粉

由国际谷物科学与技术协会在 11 个实验室(剔除错误结果后保留 10 个)对 10 个样品进行测试,所得出的统计(根据参考书目[7]的评估)结果如表 B.1 所示。

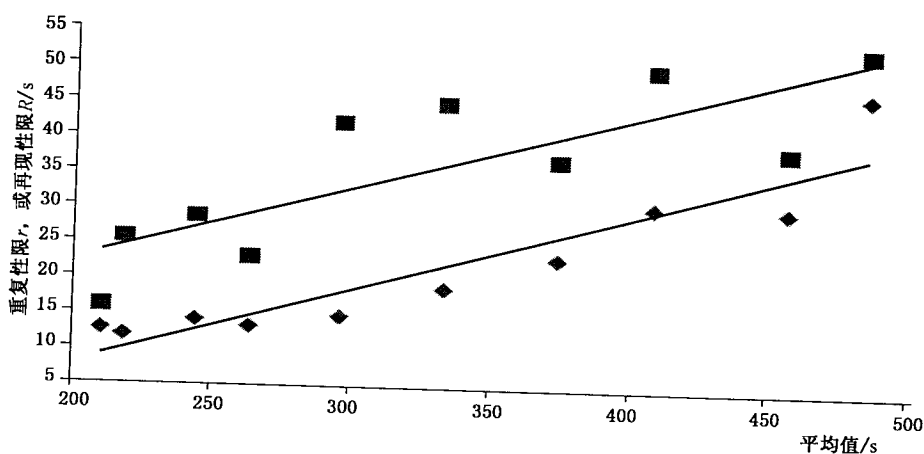
表 B.1 小麦粉的降落数值数据

单位为秒

项 目	样 品									
	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10
平均值	210.6	218.6	244.5	263.9	296.5	333.5	373.9	408.3	457.2	485.9
重复性标准偏差, s_r	4.51	4.22	5.03	4.73	5.28	6.74	8.31	10.96	10.88	16.70
相对重复性标准偏差/%	2.14	1.93	2.06	1.79	1.78	2.02	2.22	2.68	2.38	3.44
重复性限, $r(2.8s_r)$	12.63	11.82	14.08	13.25	14.79	18.88	23.27	30.70	30.48	46.76
再现性标准偏差, s_R	5.66	9.12	10.21	8.20	14.98	16.00	13.23	17.82	13.81	18.89
相对再现性标准偏差/%	2.69	4.17	4.18	3.11	5.05	4.80	3.54	4.37	3.02	3.89
再现性限, $R(2.8s_R)$	15.84	25.53	28.59	22.97	41.94	44.82	37.04	49.91	38.67	52.90

相对重复性标准偏差小于或等于 3.44%。

相对再现性标准偏差小于或等于 5.05%。



再现性公式: $y = 0.1025x + 2.103$

$R^2 = 0.689$

重复性公式: $y = 0.1069x - 13.547$

$r^2 = 0.8725$

图 B.1 小麦粉的重复性和再现性曲线图

B.2 小麦

由法国行业分析研究局在 11 个实验室(剔除错误结果后保留 10 个)对 3 个小麦样品进行测试,所得出的统计(根据 ISO 5725⁴⁾的评估)结果如表 B.2 所示。

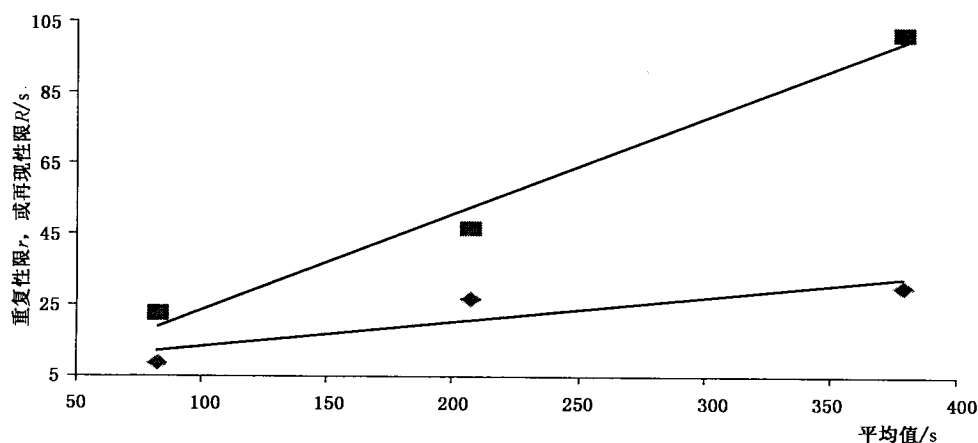
表 B.2 小麦的降落数值数据

单位为秒

项 目	样 品		
	1	2	3
平均值	82.1	207.1	379.1
重复性标准偏差, s_r	3.1	9.5	10.7
相对重复性标准偏差/%	3.7	4.6	2.8
重复性限, $r(2.8s_r)$	8.7	26.9	30.3
再现性标准偏差, s_R	8.1	16.5	36.0
相对再现性标准偏差/%	9.7	8	9.5
再现性限, $R(2.8s_R)$	22.5	46.7	101.8

相对重复性标准偏差小于或等于 4.6%。

相对再现性标准偏差小于或等于 9.5%。



X 轴: 平均值, 单位为秒(s)。

Y 轴: 重复性限, r , 或再现性限, R , 单位为秒(s)。

再现性公式: $y = 0.2963x - 2.8881$

$$R^2 = 0.9824$$

重复性公式: $y = 0.0695x + 6.4803$

$$r^2 = 0.7967$$

图 B.2 小麦的重复性和再现性曲线图

4) ISO 5725:1986, 测试方法的精度 在实验室内标准测试方法的重复性和再现性的测定, 被用来获得精确的数据。

参 考 文 献

- [1] ISO 3310-2 Test sieves—Technical requirements and testing—Part 2: Test sieves of perforated metal plate.
- [2] ISO 3310-3 Test sieves—Technical requirements and testing—Part 3: Test sieves of electroformed sheets.
- [3] ISO 5725-1 Accuracy (trueness and precision) of measurement methods and results—Part 1: General principles and definitions.
- [4] ISO 5725-2 Accuracy (trueness and precision) of measurement methods and results—Part 2: Basic method for the determination of repeatability and reproducibility of a standard measurement method.
- [5] ISO 7973 Cereals and milled cereal products—Determination of the viscosity of flour—Method using an amylograph.
- [6] ISO 13690 Cereals, pulses and milled products—Sampling of static batches.
- [7] ICC 107/1 Determination of the “Falling Number” according to Hagberg-Perten as a measure of the degree of alpha-amylase activity in grain and flour.
-

中 华 人 民 共 和 国
国 家 标 准
小麦、黑麦及其面粉,杜伦麦及其粗粒粉
降落数值的测定 Hagberg-Perten 法
GB/T 10361—2008

*

中国标准出版社出版发行
北京复兴门外三里河北街16号
邮政编码:100045

网址 www.spc.net.cn

电话:68523946 68517548

中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷
各地新华书店经销

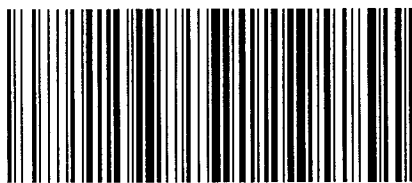
*

开本 880×1230 1/16 印张 1 字数 21 千字
2009年1月第一版 2009年1月第一次印刷

*

书号:155066·1-35469 定价 16.00 元

如有印装差错 由本社发行中心调换
版权专有 侵权必究
举报电话:(010)68533533



GB/T 10361-2008