

中华人民共和国国家标准

木质活性炭试验方法 焦糖脱色率的测定

GB/T 12496.9—1999

代替 GB/T 12496.1—1990

Test methods of wooden activated carbon—
Determination of decolorization of caramel

1 范围

本标准规定了木质活性炭对焦糖色素脱色率的试验方法。
本标准适用于各类脱色用活性炭焦糖脱色率的测定。

2 引用标准

下列标准所包含的条文,通过在本标准中引用而构成为本标准的条文。本标准出版时,所示版本均为有效。所有标准都会被修订,使用本标准的各方应探讨使用下列标准最新版本的可能性。

GB/T 6682—1992 分析实验室用水规格和试验方法

GB/T 9721—1988 化学试剂 分子吸收分光光度法通则(紫外和可见光部分)

3 方法提要

试样与焦糖混合吸附后过滤,用分光光度计测定其滤液的吸光度。

4 主要仪器

- 4.1 1 000 mL 三口烧瓶。
- 4.2 电动搅拌器(可变速)。
- 4.3 玻璃温度计(刻度 0~200℃)。
- 4.4 调温电热炉(或电热套,1 000 mL)。
- 4.5 甘油浴。
- 4.6 分光光度计(GB/T 9721)。
- 4.7 中速定性滤纸。

5 主要试剂

本标准中所用水应符合 GB/T 6682 三级水规格;所列试剂,除特殊规定外,均指分析纯试剂。

- 5.1 葡萄糖[C₆H₁₂O₆·H₂O](HG 3—1094)。
- 5.2 无水碳酸钠(GB/T 639)。
- 5.3 氯化铵(GB/T 658)。
- 5.4 重铬酸钾(GB 1259),基准试剂。

6 焦糖液的制备与鉴定

6.1 A 法焦糖

6.1.1 A 法焦糖原液的制备

称取葡萄糖 300 g,置于 1 000 mL 三口烧瓶中,加水 200 mL,装上电动搅拌器和温度计,另一口敞开。将烧瓶置于甘油浴中(可事先将甘油加热),使烧瓶内糖液的液面与甘油浴液面相水平,待糖全部溶解后,开动搅拌器,并升高油浴温度使保持在 $(145\pm 5)^{\circ}\text{C}$ 。当糖液开始沸腾时,渐次加入无水碳酸钠 5 g,不断搅拌,在 25~30 min 内,糖液温度应达到 $(110\pm 1)^{\circ}\text{C}$ (或直接将烧瓶置于电热套内如上操作)。渐次加入氯化铵 5 g,并升高油浴温度至 155°C 左右,在 25~30 min 内糖液温度应达到 $(125\pm 0.5)^{\circ}\text{C}$ [或升高电热套温度使糖液温度达到 $(125\pm 0.5)^{\circ}\text{C}$],并在此温度上保持 35 min。如果糖液超过规定温度,可滴加少许冷水。保温完毕后,缓缓加入碳酸钠溶液(5 g 无水碳酸钠溶于 50 mL 水),并不断搅拌至泡沫消失,倾出。经鉴定合格后保存在具磨口塞的瓶子中,置于冷暗处,使用期一个月,若置于冰箱中,使用期为一年。

注:糖液制备温度 A 糖为 $(125\pm 0.5)^{\circ}\text{C}$,B 糖为 $(118\pm 0.5)^{\circ}\text{C}$ 系标准状态下温度,如海拔高度变化应适当对保温时间进行调整。

6.1.2 A 法焦糖原液的鉴定

称取焦糖原液 0.833 g,加水 500 mL 溶解,搅拌均匀后用分光光度计在波长 426 nm,光径长度 1 cm 的比色皿中测定其吸光度,与重铬酸钾色度标准液 I 在同样条件下的吸光度相比较,相差不能大于 ± 0.03 。若吸光度超过上述规定,可以添加水少许或蒸发少许水,使达到规定吸光度。

6.2 B 法焦糖

6.2.1 B 法焦糖原液的制备

称取葡萄糖 300 g,置于 1 000 mL 三口烧瓶中,加水 200 mL,装上电动搅拌器和温度计,另一口敞开。将烧瓶置于甘油浴中(可事先将甘油加热),使烧瓶中糖液的液面与甘油浴液面相水平,待糖全部溶解后,开动搅拌器,并升高油浴温度使保持在 $(145\pm 5)^{\circ}\text{C}$ 。当糖液开始沸腾时,渐次加入无水碳酸钠 5 g,不断搅拌,在 25~30 min 内,糖液温度应达到 $(110\pm 1)^{\circ}\text{C}$ (或直接将烧瓶置于电热套内)。渐次加入氯化铵 5 g,在 25~30 min 内糖液温度应达到 $(118\pm 0.5)^{\circ}\text{C}$ (升温过快可滴加少量冷水),在此温度上保持 30 min(保温期间应适当降低油浴温度)。如果糖液超过规定温度,可滴加少许冷水。保温完毕后,缓缓加入碳酸钠溶液(5 g 无水碳酸钠溶于 50 mL 水),并不断搅拌至泡沫消失,倾出,经鉴定合格后保存在具磨口塞的瓶子中,放于冷暗处,使用期一个月,若置于冰箱中,使用期为一年。

6.2.2 B 法焦糖原液的鉴定

称取 B 法焦糖原液 1.00 g(称准至 0.01 g),加水 500 mL 溶解,搅拌均匀后,用分光光度计在波长 426 nm,光径长度 1 cm 的比色皿中测定吸光度,与重铬酸钾色度标准液 I 在同样条件下的吸光度相比较,相差不能大于 ± 0.03 。若吸光度超过上述规定,可将焦糖原液添加少许水或蒸发少许水,使之达到规定的吸光度。

6.3 重铬酸钾色度标准液

6.3.1 重铬酸钾色度标准液 I

将重铬酸钾在乳钵中研细,置于调节至 $(115\pm 5)^{\circ}\text{C}$ 的电热干燥箱中干燥至恒重,称取 0.420 g,加水溶解后移入 1 000 mL 的容量瓶,稀释至标线,摇匀。

6.3.2 重铬酸钾色度标准液 II

将重铬酸钾在乳钵中研细,置于调节至 $(115\pm 5)^{\circ}\text{C}$ 的电热干燥箱中干燥至恒重,称取 0.325 g,加水溶解后移入 1 000 mL 的容量瓶,稀释至标线,摇匀。

6.4 焦糖试验液的配制

6.4.1 焦糖试验液的配制

称取经鉴定合格的焦糖原液 A 法或 B 法 17.00 g(称准至 0.01 g),加水溶解后移入 500 mL 容量瓶中,稀释至标线,摇匀。配置后在当日使用完毕,或置于冰箱中,使用期 3 个月。(试验液配置可按比例减少或增加)。

7 操作步骤

7.1 A 法焦糖脱色:称取经粉碎至 71 μm 的干燥试样 0.400 g(称准至 1 mg),置于 100 mL 锥形烧瓶中,用移液管加入焦糖试验液 25 mL,稍加摇动以使试样润湿。置于沸水浴中加热 30 min(每隔 5 min 将烧瓶振摇一次),取出稍冷后即用直径 12.5 cm 的中速定性滤纸过滤,弃去初滤液 5 mL,余液移入 1 cm 光径比色皿,用分光光度计在波长 426 nm 下测定吸光度。

7.2 B 法焦糖脱色:称取经粉碎至 71 μm 的干燥试样 0.350 g(称准至 1 mg),以下按 7.1“置于 100 mL 锥形烧瓶中,……测定吸光度”操作。

8 焦糖脱色率结果表述

8.1 重铬酸钾品位标准液(60 mg/L)

称取 60 mg 重铬酸钾溶于水中,稀释至 1 000 mL,用分光光度计在波长 426 nm 测定其吸光度。

8.2 脱色操作后,滤液吸光度等于 60 mg/L 重铬酸钾标准液吸光度,则视该活性炭脱色率为 100%。

8.3 若滤液吸光度大于或小于重铬酸钾溶液品位标准液(8.1)的吸光度,则需增加炭量或减少炭量,使滤液吸光度相当于(8.1)的吸光度,偏差在±0.01。

脱色率表述为:

$$y_A = \left(1 - \frac{X_A - 0.4}{0.4} \right) \times 100 \quad \dots\dots\dots(1)$$

$$y_B = \left(1 - \frac{X_B - 0.35}{0.35} \right) \times 100 \quad \dots\dots\dots(2)$$

式中: y_A ——A 法焦糖脱色率,%;

y_B ——B 法焦糖脱色率,%;

X_A ——A 法焦糖试验所需炭的质量,g;

X_B ——B 法焦糖试验所需炭的质量,g。

注: X_A (或 X_B)若大于 0.8(或 0.7),其物理意义即为该炭并不适合作糖液脱色炭。