



中华人民共和国国家标准

GB/T 12496.9—2015
代替 GB/T 12496.9—1999

木质活性炭试验方法 焦糖脱色率的测定

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

2015-07-03 发布

2015-11-02 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

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本标准代替 GB/T 12496.9—1999《木质活性炭试验方法 焦糖脱色率的测定》，与 GB/T 12496.9—1999 相比，主要技术内容变化如下：制备焦糖操作步骤做了更准确的规定。

本标准由国家林业局提出并归口。

本标准起草单位：中国林业科学研究院林产化学工业研究所、中国林科院林产化工研究所南京科技开发总公司。

本标准主要起草人：龚建平、戴伟娣、张燕萍、许玉、陈超、贾羽洁、朱光真。

本标准所代替标准的历次版本发布情况为：

——GB/T 12496.1—1990；

——GB/T 12496.9—1999。

木质活性炭试验方法

焦糖脱色率的测定

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 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 6682—2008 分析实验室用水规格和试验方法

GB/T 9721—2006 化学试剂 分子吸收分光光度计法通则(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 °C ~ 200 °C)。
- 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:符合 GB/T 9721—2006 的规定。
- 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—2008 三级水规格,所列试剂除特殊规定外,均指分析纯试剂。

- 5.1 无水葡萄糖[C₆H₁₂O₆](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

称取无水葡萄糖 250 g,置于 1 000 mL 三口烧瓶中,加水 250 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,将油浴温度升高并保持在 $(145\pm 5)^{\circ}\text{C}$ 。当糖液开始沸腾时,渐次加入无水碳酸钠 5.0 g 并不断搅拌,同时升高油浴温度至 155°C 左右。在 25 min~30 min 内应完成无水碳酸钠的添加,并使糖液温度均匀升至 $(125\pm 1)^{\circ}\text{C}$,或将烧瓶置于电热套内,使糖液温度均匀升至 $(125\pm 1)^{\circ}\text{C}$ (升温过快可滴加少量冷水),在此温度上保持 35 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,移除加热装置,向三口烧瓶中缓缓加入碳酸钠溶液 50 mL (5.0 g 无水碳酸钠溶于 50 mL 水),并不断搅拌至泡沫消失,经鉴定合格后倾出,保存在具磨口塞的瓶子中,置于阴暗处,使用期为一个月;若置于冰箱中于 $-1^{\circ}\text{C}\sim 5^{\circ}\text{C}$ 保存,则使用期为一年。

注:糖液制备温度 A 糖为 $(125\pm 1)^{\circ}\text{C}$,B 糖为 $(118\pm 1)^{\circ}\text{C}$ 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,加水溶解并定容至 500 mL。而后用分光光度计在波长 426 nm,光径长度为 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差不能大于 ± 0.03 。若吸光度超过上述规定,可往原液中添加少许水或蒸发少许水使其达到规定吸光度。

6.2 B 法焦糖

6.2.1 B 法焦糖原液的制备

称取无水葡萄糖 250 g,置于 1 000 mL 三口烧瓶中,加水 250 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,将油浴温度升高并保持在 $(145\pm 5)^{\circ}\text{C}$ 。当糖液开始沸腾时,渐次加入无水碳酸钠 5.0 g,不断搅拌,保持均匀的升温速率。在 25 min~30 min 内完成无水碳酸钠的添加,并使糖液温度均匀升温到 $(118\pm 1)^{\circ}\text{C}$,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,移除加热装置,向三口烧瓶中缓缓加入碳酸钠溶液 50 mL (5.0 g 无水碳酸钠溶于 50 mL 水),并不断搅拌至泡沫减少,经鉴定合格后倾出,保存在具磨口塞的瓶子中,置于阴暗处,使用期为一个月;若置于冰箱中于 $-1^{\circ}\text{C}\sim 5^{\circ}\text{C}$ 保存,则使用期为一年。

注:糖液制备温度 A 糖为 $(125\pm 1)^{\circ}\text{C}$,B 糖为 $(118\pm 1)^{\circ}\text{C}$ 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。

6.2.2 B 法焦糖原液的鉴定

称取焦糖原液 1.00 g(准确至 0.01 g),加水溶解并定容至 500 mL。之后用分光光度计在波长 426 nm,光径长度为 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差不能大于 ± 0.03 。若吸光度超过上述规定,可往原液中添加少许水或蒸发少许水使其达到规定吸光度。

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 容量瓶中定容。

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 容量瓶中定容。

6.4 焦糖试验液的配制

称取经鉴定合格的 A 法或 B 法焦糖原液 17.00 g(准确至 0.01 g),加水溶解后移入 500 mL 容量瓶中定容。配制后在当日使用完毕,或置于冰箱中于 $-1\text{ }^{\circ}\text{C}\sim 5\text{ }^{\circ}\text{C}$ 保存,使用期为 3 个月。试验液配制可按比例减少或增加。

7 操作步骤

7.1 A 法焦糖脱色

称取经粉碎至粒径 $\leq 71\text{ }\mu\text{m}$ (通过 200 目筛)的干燥试样 0.400 g(准确至 1 mg),置于 100 mL 具塞锥形烧瓶中,用移液管加入焦糖试液 25 mL,稍加摇动使试样润湿。盖上玻璃塞,并在玻璃塞和瓶口之间插入一条宽约 1 cm 的滤纸条以保持玻璃塞和瓶口之间有微小间隙。将烧瓶置于沸水浴中加热 30 min(每隔 5 min 将烧瓶振摇一次),取出稍冷却后即用直径 12.5 cm 的中速定性滤纸过滤,弃去初滤液约 5 mL 后,余液移入 1 cm 光径比色皿,用分光光度计测定其在 426 nm 波长下的吸光度。

7.2 B 法焦糖脱色

称取经粉碎至粒径 $\leq 71\text{ }\mu\text{m}$ (通过 200 目筛)的干燥试样 0.350 g(准确至 1 mg),按 7.1 A 法焦糖脱色步骤操作。

8 焦糖脱色结果表述

8.1 重铬酸钾品味标准液(60 mg/L)

称取 60 mg 已按 6.3 方法干燥处理后的重铬酸钾溶于水中,定容至 1 000 mL,用分光光度计测定其在 426 nm 波长下的吸光度。

8.2 焦糖脱色结果表述

脱色操作后若滤液吸光度与 8.1 重铬酸钾品味标准液相等,则视该活性炭焦糖脱色率为 100%。

若滤液吸光度大于或小于重铬酸钾品味标准液的吸光度,则需增加或减少所加炭量,使滤液吸光度与重铬酸钾品味标准液的吸光度偏差在 ± 0.01 。

脱色率可按式(1)、式(2)计算:

$$y_A = [1 - (X_A - 0.4)/0.4] \times 100 \quad \dots\dots\dots(1)$$

$$y_B = [1 - (X_B - 0.35)/0.35] \times 100 \quad \dots\dots\dots(2)$$

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,单位为克(g);

X_B —— B 法焦糖试验所需炭的质量,单位为克(g)。

注:若 X_A (或 X_B)大于 0.8(或 0.7),其物理意义即为该炭样不适合作为糖液脱色炭。