

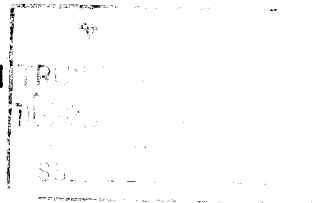
TCVN 6329 : 2001

Soát xét lần 2

**ĐƯỜNG TRẮNG – XÁC ĐỊNH SULPHIT
BẰNG PHƯƠNG PHÁP SO MÀU ROSANILIN –
PHƯƠNG PHÁP CHÍNH THỨC**

*White sugar – Determination of sulphite by the rosaniline
colorimetric method – Official*

HÀ NỘI – 2001



Lời nói đầu

TCVN 6329 : 2001 thay thế TCVN 6329 : 1997;

TCVN 6329 : 2001 hoàn toàn tương đương với GS2- 33 (1994) của ICUMSA, Đường trắng - Phương pháp xác định sulphit bằng phương pháp so màu Rosanilin - Phương pháp chính thức;

TCVN 6329 : 2001 do Tiểu Ban kỹ thuật tiêu chuẩn TCVN/TC/SC3 Đường biên soạn, Tổng cục Tiêu chuẩn Đo lường Chất lượng đề nghị, Bộ Khoa học, Công nghệ và Môi trường ban hành.

Đường trắng – Xác định sulphit bằng phương pháp so màu rosanilin – Phương pháp chính thức

White sugar – Determination of sulphite

by the rosaniline colorimetric method – Official

1 Mục đích và phạm vi áp dụng

Phương pháp này dựa trên việc xác định màu của SO_2 và chỉ áp dụng cho đường trắng.

2 Nguyên tắc

Màu của phức chất sulphit/rosanilin được đo quang ở bước sóng gần ở 560 nm, sau khi phản ứng với formaldehyt.

3 Thuốc thử

Cảnh báo và lưu ý về an toàn – Những người sử dụng phương pháp này nên theo những chỉ dẫn của cơ quan y tế quốc gia và các qui định về an toàn trước khi tiếp xúc với clohidric rosanilin focmandehyt và các thuốc thử sau đây.

3.1 Dung dịch clohidric rosanilin (bão hoà): Cho 1 g clohidric rosanilin bão hoà trong 100 ml nước cất, đun nóng đến 50°C và làm nguội bằng cách lắc. Để yên 48 h sau đó lọc dung dịch.

3.2 Dung dịch rosanilin đã tẩy màu: Chuyển 4 ml dung dịch clohidric rosanilin sang bình định mức 100 ml. Sau khi cho thêm 6 ml axit clohidric đậm đặc, định mức hỗn hợp. Quá trình tẩy màu diễn ra trong thời gian ngắn nhưng cần để yên dung dịch ít nhất 1 h trước khi sử dụng.

3.3 Dung dịch formaldehyt (khoảng 0,2 g/100 ml): Pha loãng 5 ml dung dịch formaldehyt tinh khiết phân tích $\rho_{20} \approx 1,070 - 1,080$ đến 1 000 ml.

3.4 Dung dịch đường sacaroza tinh khiết: Hoà tan 100 g đường sacaroza loại tinh khiết phân tích không chứa sulphit vào trong nước và định mức đến 1 000 ml

3.5 Dung dịch NaOH 0,1 mol/l

3.6 Dung dịch iot, nồng độ 0,05 mol/l: Hoà tan 20 g kali loại tinh khiết phân tích không chứa iodat trong 40 ml nước cất trong bình định mức 1 000 ml. Sau khi cho thêm 12,69 g iot loại tinh khiết phân tích, lắc bình cho đến khi iot được hoà tan hoàn toàn, định mức bằng nước cất.

3.7 Axit clohidric đậm đặc, $\rho_{20} \approx 1,18$ g/ml.

3.8 Dung dịch axit clohidric, nồng độ khoảng 1 mol/l.

3.9 Chất chỉ thị iot (hồ tinh bột), loại pha sẵn hoặc dung dịch tinh bột.

3.10 Dung dịch natri thiosulphat 0,1 mol/l: Hoà tan 24,817 g natri thiosulphat ngậm ba phân tử nước loại tinh khiết dùng cho phân tích với 200 ml nước cất trong bình định mức 1 000 ml và sau đó định mức tới vạch mức.

3.11 Dung dịch sulphit tiêu chuẩn: Hoà tan khoảng 2,5 g $\text{Na}_2\text{SO}_3 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ loại thông dụng trong dung dịch đường sacaroza (3.4) và định mức đến 500 ml bằng dung dịch sacaroza tinh khiết (3.4). Chuẩn độ dung dịch này như sau. Cho 25 ml dung dịch iot nồng độ 0,05 mol/l trong bình nón dung tích 300 ml và cho thêm 10 ml dung dịch axit clohidric nồng độ 1 mol/l cùng với khoảng 100 ml nước cất. Dùng pipet lấy 25 ml dung dịch sulphit tiêu chuẩn cho vào bình trong khi lắc đều bình. Sau đó chuẩn độ lượng iot dư bằng dung dịch natri thiosulphat cho đến khi dung dịch trong bình có màu rơm nhạt. Sau đó cho chất chỉ thị hồ tinh bột (0,2 g đến 0,5 g) vào bình và tiếp tục chuẩn độ cho đến khi màu xanh biến mất. Ghi lại thể tích chuẩn độ, t .

3.12 Dung dịch sulphit tiêu chuẩn loãng: Pha loãng 5 ml dung dịch sulphit tiêu chuẩn (3.11) đến thể tích chính xác 100 ml bằng dung dịch sacaroza tiêu chuẩn (3.4). Giá trị chính xác của nồng độ sulphit, c , được tính từ kết quả chuẩn độ (3.11) như sau:

$$c = (25 - t) \times 3,203 \times 2 \text{ } \mu\text{g SO}_2/\text{ml}$$

4 Thiết bị, dụng cụ

4.1 Máy đo quang hoặc máy so màu, dùng ở bước sóng khoảng 560 nm.

4.2 Bình định mức, loại A dung tích 100 ml, 500 ml và 1 000 ml.

4.3 Pipet chia độ, loại A, 10 ml.

4.4 Pipet, loại 2, 10 ml và 25 ml.

4.5 Buret, loại 10 ml, chia độ 0,05 ml.

4.6 Ống nghiệm.

4.7 Cân phân tích, đọc được 0,1 mg.

5 Cách tiến hành

5.1 Tạo màu: Hoà tan 10 g đến 40 g mẫu đường trắng bằng nước cất trong bình định mức 100 ml. Sau khi thêm dung dịch natri hidroxit 0,1 mol/l (4 ml) cho tiếp nước cất đến vạch mức và trộn kỹ.

Khi hàm lượng:

0 mg - 5 mg SO₂/kg, dùng 40 g mẫu

5 mg - 15 mg SO₂/kg, dùng 20 g mẫu

15 mg - 30 mg SO₂/kg, dùng 10 g mẫu

Chuyển 10 ml dung dịch vào ống nghiệm sạch và khô. Cho 2 ml dung dịch rosanilin đã được tẩy màu và 2 ml dung dịch formaldehyt và để yên ống nghiệm ở nhiệt độ phòng trong vòng 30 phút. Đo độ hấp thụ trong cuvet 1 cm trong máy đo quang (4.1) ở bước sóng 560 nm dùng nước cất làm dung dịch đối chiếu.

5.2 Đường chuẩn: Dùng pipet lấy ước số của dung dịch sulphit tiêu chuẩn (1ml, 2 ml, 3 ml, 4 ml, 5 ml và 6 ml) cho vào một dãy các bình định mức 100 ml. Lấy bình định mức trống dùng cho mức sulphit bằng 0. Cho 4 ml dung dịch NaOH nồng độ 0,1 mol/l vào mỗi bình và định mức đến vạch bằng dung dịch sacaroza tiêu chuẩn và lắc đều. Từ mỗi bình lấy ra 10 ml dung dịch và cho vào ống nghiệm sạch và khô. Cho 2 ml dung dịch rosanilin đã được tẩy màu và 2 ml dung dịch formaldehyt và để yên ở nhiệt độ phòng trong vòng 30 phút. Đo độ hấp thụ như ở 5.1 và biểu diễn kết quả trên đồ thị.

Lượng SO₂ trong mỗi ống nghiệm là:

$$\frac{c \times n}{10} \quad \mu\text{g SO}_2$$

trong đó

n là số ml dung dịch sulphit loãng cho vào mỗi bình 100 ml.

c là nồng độ tính được ở 3.12.

6 Biểu thị kết quả

6.1 Tính toán

Tính nồng độ của sulphit bằng cách sử dụng đường chuẩn và biểu diễn kết quả bằng số mg SO₂/kg đường trắng như sau:

$$\frac{\mu\text{g SO}_2 \text{ từ đồ thị} \times 10}{m} \quad \text{mg SO}_2/\text{kg đường}$$

trong đó

m là khối lượng đường dùng ở 5.1.

6.2 Độ chum

Với các loại đường trắng có hàm lượng sulphit từ 4,20 mg/kg đến 27,63 mg/kg, độ lặp lại từ 0,72 mg/kg đến 5,6 mg/kg, với độ lặp lại trung bình là 3,24 mg/kg. Với các loại đường trắng tương tự độ tái lập từ 1,56 mg/kg đến 24,19 mg/kg với độ tái lập trung bình là 11,90 mg/kg.

Chú thích - Những số liệu này do M A Godshall và MA Nemeth tính được từ các thực nghiệm.

Phụ lục

(Tham khảo)

Tài liệu tham khảo

Schneider F, ed (1979): Sugar Analysis: ICUMSA Methods, 98-99

Harvey C W (1994): Referee's Report, General Subject 2, ICUMSA.
