

TCVN 6329 : 1997

CAC RM 4 : 1969

ĐƯỜNG

XÁC ĐỊNH SUNFU A DIOXIT

(theo phương pháp của Monier-Williams)

Sugar Determination of sulphur dioxide

(According to Monier - Williams method)

HÀ NỘI – 1997

Đường

Xác định sunfua dioxit (theo phương pháp của Monier-Williams)

*Sugar – Determination of sulphur dioxide
(According to Monier - Williams method)*

1 Nguyên tắc của phương pháp

Chung dung dịch mẫu thử đã axit hóa trong dòng cacbon dioxit qua bộ sinh hàn vào dung dịch hidro peroxit loãng tinh khiết và chuẩn độ thể tích axit sunfuric được tạo thành. Cũng có thể xác định axit sunfuric bằng phương pháp trọng lượng khi lượng SO_2 rất nhỏ.

2 Lĩnh vực áp dụng

Phương pháp này có thể áp dụng khi có mặt các hợp chất sunfua bay hơi khác và các axit hữu cơ.

3 Thuốc thử

Thuốc thử phải là loại được công nhận dùng để phân tích.

3.1 Axit clohidric đậm đặc, tinh khiết và không chứa clo.

3.2 Cacbon dioxit tinh khiết, không chứa clo. Có thể lấy từ bình chứa CO_2 lỏng có trang bị van điều chỉnh để không chệch tốc độ dòng khí theo ý muốn và sau đó được làm sạch (theo chú thích 1, điều 8).

3.3 Hidro peroxit (3%) tinh khiết không chứa axit sunfuric được chuẩn bị bằng cách pha loãng 10 ml H_2O_2 trung tính 30% loại tinh khiết phân tích với nước cất đến 100 ml.

3.4 Natri hidroxit dung dịch 0,1N (xem chú thích 2, điều 8).

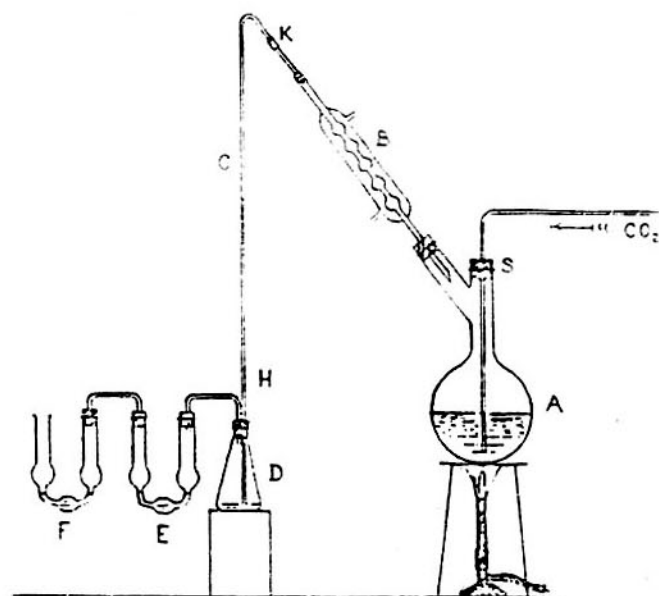
3.5 Dung dịch chỉ thị xanh bromophenol (xem chú thích 2, điều 8).

4 Thiết bị

Thiết bị đặc biệt theo Monier-Williams được chỉ ra theo hình 1.

Một bình cầu đáy tròn dung tích 1 500 ml (A) có 2 cổ được nối với bộ sinh hàn (B), đầu trên của ống sinh hàn nối với ống thẳng đứng (C) có đường kính trong khoảng từ 4 mm đến 4,5 mm và nối với bình

Thiết bị để xác định thành phần của protein theo Mendel-Williams.



Hình 1

5. Chuẩn bị mẫu thử

Đổ vào bình non (D) và ống Pedigot thứ nhất (E) mỗi bình 10 ml H_2O_2 . Đổ vào ống Pedigot thứ 2 (F) 5ml hỗn hợp H_2O_2 và dung dịch bari clorua đã được axit hoá bằng HCl (vài giọt). Ống thứ 2 đóng vai trò là một ống bảo vệ để kiểm tra sự hấp thụ hoàn toàn SO_2 trong hai bình thứ nhất. Tuy nhiên nó thường là không cần thiết (xem chú thích 3, điều 8). Sau khi nối thiết bị xong, cho 500 ml nước cất vào bình (A) cùng với 20 ml HCl và đun sôi dung dịch có dòng khí CO_2 đi qua cho đến khi không khí được đuổi ra khỏi thiết bị. Sau đó làm nguội bằng cách nhúng bình vào một chậu nước. Trong khi làm nguội bình vẫn phải tiếp tục cho chạy CO_2 và sau đó tháo nút (S) thật nhanh và cho mẫu vào. Nếu mẫu là chất lỏng nên dùng phễu có khoá để cho vào (không có trên hình vẽ) qua nút (S). Sau đó đun sôi hỗn hợp trong 1 giờ với dòng CO_2 chạy chậm và ngưng cấp nước trong ống sinh hàn. Điều này làm cho ống sinh hàn và ống dẫn từ từ nóng lên và bất kỳ lượng SO_2 nào bị giữ lại bởi hơi nước ngưng ở trong ống đều được chuyển vào bình hứng (D), bình này cần phải giữ nguội trong suốt quá trình thao tác bằng một bình nhỏ đựng nước lạnh. Ngay khi ống dẫn tại điểm H bị nóng thì tháo bình hứng ở điểm K. Rửa ống bằng một ít nước cất vào bình hứng D và chất chứa của bình E cũng được chuyển toàn bộ vào bình D. khoảng 40 - 50 ml chất lỏng với dịch rửa được chuẩn độ ở nhiệt độ phòng với NaOH 0,1N, dùng bromophenol xanh làm chất chỉ thị (tốt nhất nên dùng microburet để chuẩn độ).

1 ml NaOH 0,1N tương ứng với 32 ppm SO_2 trên 100 g mẫu. Nên dùng phương pháp khối lượng khi số liệu chuẩn độ nhỏ hơn 0,5 ml. Trong trường hợp nếu dùng phương pháp khối lượng để kiểm tra số liệu chuẩn độ thì việc kết tủa, lọc bari sunphat khỏi dịch cất đã axit hoá bằng bari clorua cần tiến hành trong bình có mỏ ở điều kiện lạnh (xem chú thích 4, điều 8).

7. Tính toán và biểu thị kết quả

Kết quả được biểu thị theo miligam SO_2 trên kilogram và tính như sau:

a) Đối với kết quả dùng phương pháp chuẩn độ:

$$\text{mg } SO_2/\text{kg} = \frac{\text{ml } 0,1N \text{ NaOH} \times 3200}{\text{Khối lượng mẫu (g)}}$$

b) Đối với kết quả dùng phương pháp khối lượng:

$$\text{mg } SO_2/\text{kg} = \frac{\text{mg } BaSO_4 \times 274,46}{\text{Khối lượng mẫu (g)}}$$

1) CO_2 được làm sạch bằng cách cho qua bình chứa dung dịch natri cacbonat loãng loại trừ đi khí clo, trước khi cho qua bình ngưng.

2) Bromophenol xanh với nước điển này trong một số lĩnh vực thường thích hợp hơn methyl da cam, do chuyển từ màu vàng sang xanh qua giai đoạn màu xám nhẹ khá rõ rệt. Chỉ thị này chuyển màu pH từ 2,8 - 4,6, và hoàn toàn không bị ảnh hưởng bởi CO_2 và các vết nhẹ của các axit hữu cơ dễ bay hơi nhận được trong giai đoạn cuối của luồng hơi ra khỏi bình ngưng. NaOH 0,1 N sử dụng cần được chuẩn hoá bằng axit sunfuric với cùng một chất chỉ thị.

3) Vết nhẹ nhất của SO_2 thoát ra sẽ làm đục bari sunfat ở ống thứ 2 (F). Trong thực nghiệm Monier-Williams chưa có trường hợp nào quan sát thấy điều này.

4) Hidro peroxit, ở điều kiện lạnh không oxy hoá hidrosulfua hoặc sulfua hữu cơ dễ bay hơi thành axit sunfuric và khi xác định SO_2 trong các thực phẩm chứa hợp chất sulfua dễ bay hơi, thì H_2O_2 thường cho kết quả đáng tin cậy nhất với điều kiện việc kết tủa, lọc bari sunfat được tiến hành trong điều kiện lạnh. Tuy nhiên để tránh tủa bari sunfat khỏi bị nhiễm bẩn bởi bari clorua thì cần để lắng, chất lỏng ở trên cần phải rót qua bộ lọc và bari sunfat còn lại trong bình có mỏ phải rửa 3 lần bằng cách gạn với nước sôi trước khi rót qua bộ lọc.

9 Tài liệu tham khảo

Nhà phân tích Monier - Williams.GW (1927) 343 và 415 - Xác định sulfua dioxit trong thực phẩm - Báo cáo về các vấn đề y tế và sức khoẻ công đồng. Số 43, trang 56 Bộ Y tế 1927, HM Văn phòng thường trực London.