

TCVN 6328: 1997

CAC/RM 5 : 1969

ĐƯỜNG

XÁC ĐỊNH SUNFUA DIOXIT

(Theo phương pháp của Carruther, Heaney và Oldfield)

Sugar – Determination of sulphur dioxide

(According to Carruthers, Heaney and Oldfield method)

HÀ NỘI – 1997

Lời nói đầu

TCVN 6328 : 1997 hoàn toàn tương đương với CAC/RM 5 : 1969

TCVN 6328 : 1997 do Ban kỹ thuật tiêu chuẩn Đường biên soạn, Tổng cục Tiêu chuẩn - Đo lường - Chất lượng đề nghị, Bộ Khoa học, Công nghệ và Môi trường ban hành.

Đường

Xác định sunfua dioxit

(Theo phương pháp của Carruther, Heaney và Oldfield)

*Sugar – Determination of sulphur dioxide
(According to Carruthers, Heaney and Oldfield method)*

1 Phạm vi áp dụng

Phương pháp này thích hợp đối với đường có hàm lượng sunfua dioxit bằng hoặc nhỏ hơn 1 ppm.

2 Nguyên tắc của phương pháp

Phương pháp so màu, dùng rosalin tẩy trắng có tính axit và focmandehyt làm thuốc thử tạo màu.

3 Thuốc thử

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

3.1 Dung dịch nước bão hoà rosanilin hydroclorua: tạo huyền phù (khoảng 1 g cho 100 ml) rosanilin hydroclorua trong nước cất, đun nóng đến khoảng 50°C và lắc cho đến nguội, sau đó để yên trong 48 giờ thỉnh thoảng lắc và lọc.

3.2 Dung dịch rosanilin tẩy trắng: thêm 6 ml axit clohidric đậm đặc vào 4 ml dung dịch nước bão hoà rosanilin hydroclorua, lắc và pha loãng đến 100 ml. Sự khử màu không phải ngay lập tức và thuốc thử chỉ sử dụng ít nhất là 1 giờ sau khi chuẩn bị.

3.3 Dung dịch focmandehyt 0,2%: pha loãng 5 ml focmandehyt 40% với nước đến 1 lít.

3.4 Các thuốc thử khác: natri hidroxit dung dịch 0,1N và 0,004N. Natri sunfit ($\text{Na}_2\text{SO}_3 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$) dung dịch chuẩn, dung dịch iot chuẩn và sunfua dioxit không có đường.

Các đặc tính kỹ thuật của các thuốc thử này được nêu trong điều 5, 6 dưới đây (Cách tiến hành và cuvet hấp thụ chuẩn).

4 Thiết bị

Máy đo quang phổ hoặc máy đo độ hấp thụ có cuvet dày 1 cm và bộ lọc thích hợp có độ truyền quang cực đại từ 545 nm đến 560 nm.

5 Cách tiến hành

5.1 Hoà tan đường trong nước cất và khuấy nhẹ, thêm natri hidroxit loãng để có dung dịch chứa từ 0,5 µg đến 30 µg sunfua dioxit trong 10 ml và nồng độ của natri hidroxit xấp xỉ 0,004N.

Hầu hết các loại đường có thể đạt được nồng độ này với dung dịch chứa 4 ml natri hidroxit 0,1N và hoặc 10 g hoặc 20 g đường trong 100 ml. Nếu mức chung của sunfua dioxit nhỏ hơn 2 ppm thì nồng độ đường có thể tăng lên 40g trong 100 ml.

Cho 10 ml dung dịch đường vào ống thử khô, sạch (có thể thay thế bằng 1 g đến 4 g đường khô và hoà tan trực tiếp trong ống thử được vạch độ ở 10 ml và thêm 0,4 ml natri hidroxit 0,1N và thêm nước cho đến vạch); thêm 2 ml dung dịch rosanilin tẩy trắng, sau đó thêm 2 ml dung dịch focmandehyt 0,2%. Khuấy đều và để yên ở nhiệt độ phòng trong 30 ± 5 phút.

Đo mật độ quang của dung dịch trong cuvet 1 cm ở khoảng 560 nm và xác định hàm lượng sunfua dioxit bằng cách so sánh với đường cong hấp thụ chuẩn đo được trong cùng một điều kiện như nhau.

6 Đường cong hấp thụ chuẩn

Đường cong hấp thụ chuẩn được chuẩn bị bằng cách thêm một lượng dung dịch chuẩn đã biết trước lượng natri sunfit vào đường không chứa sunfua dioxit đã hoà tan trong natri hidroxit 0,004N. Đường được thêm vào tất cả các dung dịch chuẩn với mục đích để hạn chế sự oxi hoá sunfit trong quá trình chuẩn bị và bảo quản dung dịch chuẩn. Phải đảm bảo các dung dịch có nồng độ natri hidroxit xấp xỉ 0,004N trước khi thêm dung dịch rosanilin tẩy trắng có tính axit, sự có mặt của đường không chứa sunfua dioxit ở nồng độ đến 40 g trong 100 ml không ảnh hưởng đến hiệu suất màu và không cần thiết phải quan tâm đến nồng độ đường trong dung dịch chuẩn và nồng độ đường trong dung dịch thử.

Chuẩn bị dung dịch chứa khoảng 0,5% $\text{Na}_2\text{SO}_3 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ trong dung dịch đường 10% và xác định một cách chính xác nồng độ sunfit bằng cách chuẩn độ bằng dung dịch chuẩn iot.

Pha loãng 5 ml dung dịch sunfit đến 100 ml với dung dịch đường 10% để có chuẩn ban đầu mà nồng độ của nó ở khoảng từ 50 µg SO_2 trong 1 ml. Để chuẩn bị dung dịch hiệu chuẩn, lấy 1,0 ml, 2,0 ml... và 6,0ml chuẩn ban đầu và thêm 4 ml natri hidroxit 0,1N và pha loãng đến 100 ml bằng dung dịch đường 10%. Chuẩn bị chuẩn zero không chứa dung dịch chuẩn.

Thêm dung dịch rosanilin tẩy trắng và dung dịch focmandehyt vào 10 ml các dung dịch chuẩn và đo mật độ quang như phương pháp chuẩn.

Kết quả biểu thị theo mg SO₂ / kg.

7 Chú thích về cách tiến hành

Dung dịch đường được xử lý bằng kiềm loãng trước khi thêm thuốc thử tạo màu để giải phóng sunfua dioxit liên kết nhẹ không được xác định theo qui trình này. Dung dịch được điều chỉnh đến pH xấp xỉ 11.

8 Tài liệu tham khảo

Carruther A , Heaney R.K và Oldfield J.F.T (1965). Tạp chí đường quốc tế, trang 364-366, xác định sunfua dioxit trong đường trắng.
