



НАЦІОНАЛЬНИЙ СТАНДАРТ УКРАЇНИ

ЦУКОР

Визначання діоксиду сірки розаніліновим
колориметричним методом

ДСТУ 4322:2004

Видання офіційне

БЗ № 5-2004/177

Київ
ДЕРЖСПОЖИВСТАНДАРТ УКРАЇНИ
2005

ПЕРЕДМОВА

1 РОЗРОБЛЕНО: Український науково-дослідний інститут цукрової промисловості ТК 56 «Цукор і крохмалепатокові продукти»

РОЗРОБНИКИ: **В. Штангесв, Н. Іволга, К. Євреснко, О. Гриценко, Г. Михальчук**

2 ЗАТВЕРДЖЕНО ТА НАДАНО ЧИННОСТІ: наказ Держспоживстандарту України від 5 липня 2004 р. № 132

3 Національний стандарт відповідає Publication «Methods book», 1994 of International Commission for Uniform Methods of Sugar Analysis (ICUMSA) в частині методу GS2/7-33(1998) The Determination of Sulphite by the Rosaniline Colorimetric Method in White Sugar (Визначання сульфітів у білому цукрі розаніліновим колориметричним методом)

Ступінь відповідності — модифікований (MOD)

Переклад з англійської — (en)

4 УВЕДЕНО ВПЕРШЕ

Право власності на цей документ належить державі.
Відтворювати, тиражувати і розповсюджувати його повністю чи частково
на будь-яких носіях інформації без офіційного дозволу заборонено.
Стосовно врегулювання прав власності треба звертатися до Держспоживстандарту України

Держспоживстандарт України, 2005

ЗМІСТ

	С.
Національний вступ	IV
1 Сфера застосування	1
2 Суть методу.....	1
3 Реактиви	1
4 Апаратура та лабораторне приладдя	2
5 Випробовування	3
6 Опрацьовування результатів	3
Додаток НА Бібліографія	4

НАЦІОНАЛЬНИЙ ВСТУП

Розроблення національних стандартів, згармонізованих з європейськими та міжнародними нормами та правилами, зокрема, введення єдиних загальнозживаних методів аналізування цукру, зумовлено прагненням України увійти до Європейського Союзу (ЄС) як повноправного торгового партнера. Використовування єдиних погоджених критеріїв і методів оцінювання якості продукції, її безпечності та ідентифікації, а також одержування точних порівнювальних даних дає споживачу гарантію якості продукції. Метод, описаний в цьому стандарті, є переклад GS2/7-33(1998)¹⁾ (Визначання сульфідів у білому цукрі розаніліновим колориметричним методом), який впроваджено міжнародною комісією з уніфікації методів аналізування цукру з окремими технічними відхиленнями. Оскільки опублікування методики в Україні трансформується в стандарти, що потребує відповідних змін щодо оформлення тексту, то до тексту долучено національний додаток стосовно цитованих нормативних документів (додаток НА).

Технічний комітет, відповідальний за цей стандарт, — ТК 56 «Цукор і крохмалепаточкові продукти».

Цей стандарт розроблено на основі методики GS2/7-33:1998 без змін, що дасть змогу ефективніше користуватися стандартом.

Стандарт містить вимоги, що відповідають чинному законодавству.

До стандарту внесено такі редакційні зміни, спричинені правовими вимогами:

- назву стандарту приведено у відповідність з вимогами національної стандартизації;
- з назви стандарту і тексту вилучено слова «в тростинних соках і сиропках», так як цей стандарт розповсюджується тільки на білий цукор;
- у назві стандарту слова «сульфідів» замінено на «діоксид сірки», так як цей показник названо у всіх міжнародних нормативних документах;
- структурні елементи стандарту: «Обкладинку», «Передмову», «Зміст», «Національний вступ» — оформлено відповідно до вимог національної стандартизації України;
- позначки одиниць вимірювання відповідають серії стандартів ДСТУ 3651:1997 Метрологія. Одиниці фізичних величин.

НАЦІОНАЛЬНИЙ СТАНДАРТ УКРАЇНИ

ЦУКОР

Визначання діоксиду сірки розаніліновим колориметричним методом

САХАР

Определения диоксида серы розанилиновым колориметрическим методом

SUGAR

The Determination of Sulphur Dioxide Rosaniline Colorimetric Method

Чинний від 2005–10–01

1 СФЕРА ЗАСТОСУВАННЯ

Цей стандарт поширюється на білий кристалічний цукор-пісок та цукрову пудру і встановлює фотоколориметричний метод визначання діоксиду сірки.

2 СУТЬ МЕТОДУ

Обробляють лужний розчин цукру розчином розаніліну і формальдегіду.

Вимірюють оптичну густину розчину, що містить комплекс діоксиду сірки з розаніліном, спектрофотометром або фотоколориметром за довжини хвилі приблизно 560 нм.

3 РЕАКТИВИ

ЗАСТОРОГА! Під час приготування реактивів треба дотримуватись запобіжних заходів безпеки, передбачених національним законодавством.

3.1 Розчин гідрохлориду розаніліну (насичений)

Поміщають 1 г гідрохлориду розаніліну в колбу місткістю 100 см³, доливають здистильованою водою до мітки, перемішують і нагрівають до 50 °С. Одержаний розчин охолоджують за постійного струшування, після охолодження залишають на 48 год і фільтрують через фільтрувальний папір.

3.2 Знебарвлений розчин розаніліну

Переносять 4 см³ насиченого розчину гідрохлориду розаніліну в мірну колбу місткістю 100 см³, додають 6 см³ концентрованої соляної кислоти і доводять об'єм здистильованою водою до мітки. Потім розчин ретельно перемішують і перед використанням залишають у стані спокою протягом 1 год.

3.3 Розчин формальдегіду, що містить 0,2 г формальдегіду в 100 см³

Розчиняють 5 см³ аналітично чистого розчину формальдегіду густиною $\rho_{20} \approx 1,070\text{—}1,080$ г/см³ здистильованою водою в мірній колбі місткістю 1000 см³, перемішують і доводять об'єм здистильованою водою до мітки.

3.4 Розчин чистої сахарози

Розчиняють 100 г аналітично чистої сахарози (ч.д.а), без вмісту сільфідів, здистильованою водою в мірній колбі місткістю 1000 см³, перемішують і доводять об'єм здистильованою водою до мітки.

Видання офіційне



3.5 Розчин гідроксиду натрію молярної концентрації 0,1 моль/дм³**3.6 Розчин йоду молярної концентрації 0,05 моль/дм³**

Розчиняють 20 г аналітично чистого йодиду натрію, без вмісту йодату, в 40 см³ здистильованої води в мірній колбі місткістю 1000 см³, додають 12,69 г аналітично чистого йоду і струшують вміст колби доти, поки не розчиниться весь йод. Після цього розчин доводять здистильованою водою до мітки.

3.7 Кислота соляна концентрована густиною $\rho_{20} \approx 1,18$ г/см³**3.8 Розчин соляної кислоти молярної концентрації ≈ 1 моль/дм³****3.9 Індикатор йодний (крохмальний) стандартний або крохмальний розчин****3.10 Розчин тіосульфату натрію молярної концентрації 0,1 моль/дм³**

Розчиняють 24,817 г аналітично чистого пентагідрату тіосульфату натрію в 200 см³ здистильованої води в мірній колбі місткістю 1000 см³, ретельно перемішують і доводять об'єм здистильованою водою до мітки.

3.11 Стандартний розчин сульфіту

Близько 2,5 г гептагідрату сульфіту натрію загальної призначеності розчиняють у розчині сахарози, приготованому відповідно до 3.4, в мірній колбі місткістю 500 см³, ретельно перемішують, доводять об'єм розчином сахарози до мітки і перевіряють титр.

Титр приготованого розчину визначають таким чином:

Переводять 25 см³ йодного розчину молярної концентрації 0,05 моль/дм³ в конічну колбу місткістю 300 см³, додають 10 см³ розчину соляної кислоти молярної концентрації 1 моль/дм³ і, приблизно, 100 см³ здистильованої води. Потім в цю колбу за допомогою піпетки переносять 25 см³ стандартного розчину сульфіту і перемішують вміст колби коловими рухами. Надлишок йоду відтитровують розчином тіосульфату натрію молярної концентрації 0,1 моль/дм³ до появи блідо-солом'яної забарвленості. Потім у колбу додають 0,2 — 0,5 г йодного (крохмального) індикатора і продовжують титрування до зникнення синьої забарвленості. Записують титр, t .

3.12 Стандартний розчин сульфіту розведений

Поміщають 5 см³ стандартного розчину сульфіту в колбу місткістю 100 см³, доводять об'єм розчином сахарози до мітки і перемішують.

Концентрацію розведеного стандартного розчину сульфіту, c , мкгSO₂/см³, виходячи із величини титру, t , обчислюють за формулою:

$$c = (25 - t) \cdot 3,203 \cdot 2 \quad (1)$$

3.13 Вода здистильована

Національний відхил

Вода здистильована — згідно з ГОСТ 6709

4 АПАРАТУРА ТА ЛАБОРАТОРНЕ ПРИЛАДДЯ

4.1 Спектрофотометр або колориметр фотометричний, що дає змогу проводити вимірювання за довжини хвилі, приблизно 560 нм.

4.2 Колби мірні місткістю 100, 500 і 1000 см³.

4.3 Піпетка поградуйована місткістю 10 см³.

4.4 Піпетки місткістю 2, 10 і 25 см³.

4.5 Бюретка поградуйована з ціною поділки 0,05 см³ місткістю 10 см³.

4.6 Пробірки

4.7 Ваги лабораторні, що дають змогу зважувати з похибкою до 0,1 мг.

4.8 Рефрактометр

5 ВИПРОБОВУВАННЯ

5.1 Визначання величини оптичної густини

Розчиняють 10—40 г проби цукру здистильованою водою в мірній колбі місткістю 100 см³, додають 4 см³ розчину гідроксиду натрію молярної концентрації 0,1 моль/дм³, ретельно перемішують і доводять об'єм здистильованою водою до мітки.

Наважку цукру вибирають, виходячи із вмісту діоксиду сірки в цукрі.

Вміст SO ₂ , мг/кг	Маса проби цукру, г
0 — 5	40
5 — 15	20
15 — 30	10

Переводять 10 см³ досліджуваного розчину в чисту суху пробірку, додають 2 см³ знебарвленого розчину розаніліну, 2 см³ розчину формальдегіду, перемішують і залишають пробірку на 30 хв за кімнатної температури. Потім вимірюють величину оптичної густини в кюветі довжиною 1 см за допомогою спектрофотометра або фотоелектроколориметра за довжини хвилі приблизно 560 нм, використовуючи за еталон здистильовану воду.

5.2 Будування стандартної кривої

За допомогою піпетки відбирають 1, 2, 3, 4, 5 і 6 см³ розведеного стандартного розчину сульфїту і переносять в мірні колби місткістю 100 см³. Беруть також пусту колбу з нульовим значенням сульфїтів. У кожену колбу додають 4 см³ гідроксиду натрію молярної концентрації 0,1 моль/дм³, доводять об'єм розчином чистої сахарози, приготованого відповідно до 3.4, до мітки і ретельно перемішують. Потім із кожної колби відбирають по 10 см³ кожного розчину в чисті, сухі пробірки, додають 2 см³ знебарвленого розчину розаніліну, 2 см³ формальдегіду, перемішують і залишають пробірки на 30 хв за кімнатної температури. Після цього вимірюють величину оптичної густини кожного розчину в кюветі довжиною 1 см за допомогою спектрофотометра або фотоелектроколориметра за довжини хвилі приблизно 560 нм, використовуючи за еталон здистильовану воду, і за результатами вимірювань будують стандартну криву, відкладаючи по осі абсцис мкг SO₂/10 см³, а по осі ординат відповідну їм оптичну густину. З'єднавши відповідні точки, одержують криву.

Вміст діоксиду сірки, в кожній пробірці, мкг SO₂/10 см³, обчислюють за формулою:

$$\frac{c \cdot n}{10} = \frac{[(25 - t) \cdot 3,203 \cdot 2]n}{10}, \quad (2)$$

де c — концентрація розведеного стандартного розчину сульфїту, мкг/см³;
 n — кількість см³ розведеного стандартного розчину сульфїту, доданого в кожену колбу місткістю 100 см³.

6 ОПРАЦЬОВУВАННЯ РЕЗУЛЬТАТІВ

6.1 Розраховування

Вміст діоксиду сірки в цукрі, мг/кг, обчислюють за стандартною кривою і формулою:

$$\frac{\text{мкг SO}_2 \cdot 10}{m}, \quad (3)$$

де m — маса проби цукру за 5.1, г;
 вміст мкг SO₂/10 см³ — із кривої.

6.2 Точність. Для цукру з вмістом діоксиду сірки в діапазоні від 4,20 мг/кг до 27,63 мг/кг збіжність результатів становить 0,72 — 5,6 мг/кг за середньої збіжності результатів 3,24 мг/кг, відтворюваність результатів становить 1,56 — 24,19 мг/кг за середньої відтворюваності 11,09 мг/кг.

ДОДАТОК НА

(довідковий)

БІБЛІОГРАФІЯ

- 1 Schneider F, ed. (1979): Sugar Analysis: ISUMSA Methods, 98—99
- 2 Proc. 21 st Session ICUMSA, 1994, 116.
- 3 *ibid.*, 45—60.

УКНД 67.180.10

Ключові слова: цукор-пісок, діоксид сірки, розаніліновий колориметричний метод, стандартна крива.

Редактор **Ю. Грек**
Технічний редактор **О. Касіч**
Коректор **Т. Нагорна**
Верстальник **Н. Ковальова**

Підписано до друку 20.06.2005 Формат 60 × 84 1/8.
Ум. друк. арк. 0,93. Зам. Ціна договірна.

Науково-редакційний відділ ДП «УкрНДНЦ»
03115, Київ, вул. Святошинська, 2