

Azúcar blanco - Métodos de análisis - Parte 7: Determinación de sulfitos por el método colorimétrico de rosanilina

Preámbulo

El Instituto Nacional de Normalización, INN, es el organismo que tiene a su cargo el estudio y preparación de las normas técnicas a nivel nacional. Es miembro de la INTERNATIONAL ORGANIZATION FOR STANDARDIZATION (ISO) y de la COMISION PANAMERICANA DE NORMAS TECNICAS (COPANT), representando a Chile ante esos organismos.

La norma NCh1243/7 ha sido preparada por la División de Normas del Instituto Nacional de Normalización, y en su estudio participaron los organismos y las personas naturales siguientes:

COINTEC Inspecciones y Control Ltda.
CORPORA Tres Montes

Dirección Nacional de Aduanas

Industria Azucarera Nacional S.A.
Industria de Alimentos DOS EN UNO Ltda.
Industrias Ambrosoli S.A.
Instituto de Salud Pública, ISP
Instituto Nacional de Normalización, INN
Ministerio de Agricultura, ODEPA
Ministerio de Salud Pública
NABISCO Royal Chile
Servicio Nacional del Consumidor, SERNAC

Jorge Bravo
Mario Arancibia
Marianela Bernal
Luisa Harding
Verónica Santoro
Orietta Rodríguez
Rosa Rebeco
Luis Borie
Emilia Raymond
Ramona Villalón
Rebeca Iglesias
Luisa Kipreos
Ema Arrieta
Miguel Valenzuela

NCh1243/7

Esta norma se estudió para actualizar el método de ensayo para la determinación de sulfitos en el azúcar blanco.

Esta norma es equivalente a la norma ICUMSA (International Commission for Uniform Methods of Sugar Analysis) *Method GS 2-33 (1994) The Determination of Sulphite in White Sugar by the Rosaniline Colorimetric Method - Official*, con desviaciones menores en aspectos de forma.

Esta norma ha sido aprobada por el Consejo del Instituto Nacional de Normalización, en sesión efectuada el 28 de Noviembre de 1996.

Esta norma ha sido declarada Norma Chilena Oficial de la República por Resolución N°35, de fecha 24 de Enero de 1997, del Ministerio de Economía, Fomento y Reconstrucción, publicada en el Diario Oficial N°35.683, del 04 de Febrero de 1997.

Azúcar blanco - Métodos de análisis - Parte 7: Determinación de sulfitos por el método colorimétrico de rosanilina

1 Alcance y campo de aplicación

Este método se basa en la determinación colorimétrica de SO_2 y es aplicable sólo al azúcar blanco.

2 Principio

El color de un complejo sulfito/rosanilina es medido fotométricamente, a una longitud de onda de 560 nm, después de una reacción con formaldehído.

3 Reactivos

Los usuarios de este método deberían consultar la legislación nacional de salud y seguridad antes de manipular el clorhidrato de rosanilina, el formaldehído y los otros reactivos indicados en esta norma.

3.1 Solución de clorhidrato de rosanilina (saturada)

Preparar una suspensión con 1 g de clorhidrato de rosanilina en 100 ml de agua destilada, calentar a 50°C y enfriar con agitación. Dejar en reposo durante 48 h y después filtrar la solución, a través de un papel filtro de uso común en laboratorio (por ejemplo 5 a 10 μm de tamaño de poro).

NCh1243/7

3.2 Solución decolorada de rosanilina

Transferir 4 ml de la solución saturada de clorhidrato de rosanilina a un matraz volumétrico de 100 ml. Agregar 6 ml de ácido clorhídrico concentrado (3.7) y llevar a volumen con agua destilada. Aunque la decoloración se produce en un período corto, dejar la solución en reposo durante al menos 1 h antes de su uso.

3.3 Solución de formaldehído, aproximadamente 0,2 g/100 ml

Diluir 5 ml de una solución de formaldehído, grado analítico, $p_{20} \approx 1,070 - 1,080$, a un volumen de 1 000 ml.

3.4 Solución de sacarosa pura

Disolver en agua destilada 100 g de sacarosa libre de sulfitos, grado analítico, y llevar a un volumen de 1 000 ml.

3.5 Solución de hidróxido de sodio, 0,1 mol/L

3.6 Solución de yodo, 0,05 mol/L

Disolver 20 g de yoduro de potasio libre de yodatos, grado analítico, en 40 ml de agua destilada contenidos en un matraz volumétrico de 1 000 ml. Agregar 12,69 g de yodo grado analítico, agitar el matraz hasta disolución completa del yodo y llevar a volumen con agua destilada.

3.7 Acido clorhídrico concentrado, $p_{20} \approx 1,18$ g/L

3.8 Solución de ácido clorhídrico, aproximadamente 1 mol/L

3.9 Indicador para el yodo (almidón), ya preparado disponible en el comercio o bien, solución de almidón, al 1% en agua saturada de cloruro de sodio.

3.10 Solución de tiosulfato de sodio, 0,1 mol/L.

Disolver 24,817 g de tiosulfato de sodio pentahidratado, grado analítico, en 200 ml de agua destilada contenida en un matraz volumétrico de 1 000 ml y luego llevar a volumen.

NOTA - Debido a la posible acción bacteriana sobre el tiosulfato, la solución debería titularse antes de su uso.

3.11 Solución estándar de sulfito

Disolver aproximadamente 2,5 g de sulfito de sodio heptahidratado, grado analítico, con la solución de sacarosa (3.4) y llevar a un volumen de 500 ml con esta solución de sacarosa pura (3.4). Determinar el título de esta solución como se indica a continuación.

Transferir 25 ml de la solución de yodo 0,05 mol/L a un matraz Erlenmeyer de 300 ml y agregar 10 ml de la solución de ácido clorhídrico 1 mol/L, seguido de aproximadamente 100 ml de agua destilada. Transferir al matraz, con una pipeta, 25 ml de la solución estándar de sulfito mientras se agita circularmente el matraz. Titular el exceso de yodo con la solución de tiosulfato de sodio 0,1 mol/L, hasta que el contenido del matraz sea de color paja pálido. A continuación, agregar al matraz unas gotas del indicador para el yodo (almidón), y continuar la titulación hasta que desaparezca el color azul. Registrar el título, t .

3.12 Solución estándar diluida de sulfito

Diluir 5 ml de la solución estándar de sulfito (3.11) a un volumen exacto de 100 ml con la solución de sacarosa pura (3.4). El valor exacto del contenido de sulfito, c , expresado como SO_2 , es calculado a partir del título, t , determinado en 3.11, con la fórmula siguiente:

$$\text{contenido de } SO_2 (\mu\text{g/ml}) = c = (25 - t) \cdot 3,203 \cdot 2$$

4 Aparatos

4.1 Espectrofotómetro o colorímetro, para leer a 560 nm.

4.2 Matraces volumétricos, clase A, de 100 ml, 500 ml y 1 000 ml.

4.3 Pipetas graduadas, clase A, de 10 ml.

4.4 Pipetas volumétricas, de 2 ml, 10 ml y 25 ml.

4.5 Bureta, de 10 ml, graduada a 0,05 ml.

4.6 Tubos de ensayo

4.7 Balanza analítica, con una precisión de 0,1 mg.

5 Procedimiento

5.1 Desarrollo del color

Disolver entre 10 y 40 g de la muestra de azúcar blanco, según se indica en la tabla que aparece más adelante, en agua destilada contenida en un matraz volumétrico de 100 ml. Agregar 4 ml de la solución de hidróxido de sodio 0,1 mol/L, llevar a volumen y mezclar:

Nivel SO_2 en la muestra, mg/kg azúcar	Cantidad de muestra a usar, g
0 - 5	40
5 - 15	20
15- 30	10

Transferir una alícuota de 10 ml a un tubo de ensayo, limpio y seco. Agregar 2 ml de solución de rosanilina decolorada y 2 ml de solución de formaldehído, y dejar el tubo en reposo a temperatura ambiente durante 30 min. Medir la absorbancia en una celda de 1 cm, en un espectrofotómetro (4.1) a 560 nm, usando agua destilada como referencia.

5.2 Curva patrón

Transferir con pipeta, alícuotas de la solución estándar diluida de sulfito (1, 2, 3, 4, 5 y 6 ml) a una serie de matraces volumétricos de 100 ml. Incluir en la serie un matraz vacío para el nivel cero de sulfito. Agregar a cada matraz 4 ml de hidróxido de sodio 0,1 mol/L, llevar a volumen con la solución de sacarosa pura (3.4) y mezclar. Desde cada matraz transferir una alícuota de 10 ml a un tubo de ensayo, limpio y seco. Agregar 2 ml de la solución de rosanilina decolorada y 2 ml de la solución de formaldehído, y dejar los tubos en reposo a temperatura ambiente durante 30 min. Medir las absorbancias como se indica en 5.1 y graficar los resultados.

La cantidad de SO_2 en cada tubo de ensayo es:

$$c \cdot n/10 \mu\text{g } SO_2$$

en que:

n = es el número de ml de sulfito diluido agregado a cada matraz de 100 ml;

c = es el valor obtenido en 3.12.

6 Expresión de los resultados

6.1 Cálculos

Calcular la concentración de sulfito empleando la curva patrón y expresar el resultado como mg SO_2 /kg de azúcar blanco como se indica a continuación:

$$\text{concentración de } SO_2 \text{ (mg/kg)} = (\mu\text{g } SO_2 \text{ del gráfico}) \cdot 10 / \text{ masa de azúcar usada en 5.1}$$

6.2 Precisión

Para azúcares blancos con un contenido de sulfito entre 4,20 mg/kg y 27,63 mg/kg, la repetibilidad está comprendida entre 0,72 mg/kg y 5,6 mg/kg, con un promedio de 3,24 mg/kg. Para los mismos azúcares blancos la reproducibilidad está comprendida entre 1,56 mg/kg y 24,19 mg/kg, con un promedio de 11,09 mg/kg.

Azúcar blanco - Métodos de análisis - Parte 7: Determinación de sulfitos por el método colorimétrico de rosanilina

White sugar - Analysis methods - Part 7: Determination of sulphite by the rosaniline colorimetric method

Primera edición : 1997
Reimpresión : 1999

Descriptor: *azúcar, análisis químico, colorimetría, determinación de contenido, sulfitos*

CIN 67.180.10

COPYRIGHT © 1997 : INSTITUTO NACIONAL DE NORMALIZACION - INN

* Prohibida reproducción y venta *

Dirección : Matías Cousiño N° 64, 6° Piso, Santiago, Chile

Casilla : 995 Santiago 1 - Chile

Teléfonos : + (56 2) 441 0330 • Centro de Documentación y Venta de Normas (5° Piso) : + (56 2) 441 0425

Telefax : + (56 2) 441 0427 • Centro de Documentación y Venta de Normas (5° Piso) : + (56 2) 441 0429

Internet : inn@entelchile.net

Miembro de : ISO (International Organization for Standardization) • COPANT (Comisión Panamericana de Normas Técnicas)