

NOTA IMPORTANTE:

La entidad sólo puede hacer uso de esta norma para si misma, por lo que este documento NO puede ser reproducido, ni almacenado, ni transmitido, en forma electrónica, fotocopia, grabación o cualquier otra tecnología, fuera de su propio marco.

ININ/ Oficina Nacional de Normalización

NORMA CUBANA

NC

384: 2005

**DETERMINACIÓN DEL DIÓXIDO DE AZUFRE EN AZÚCAR
BLANCO MEDIANTE EL MÉTODO COLORIMÉTRICO DE LA
ROSANILINA**

The determination of sulfuric dioxide white sugar by the
rosaniline colorimetric method

ICS: 67.180.10

1. Edición Abril 2005
REPRODUCCIÓN PROHIBIDA

Oficina Nacional de Normalización Calle E No. 261 Vedado, Ciudad de La Habana.
Cuba. Teléfono: 830-0835 Fax: (537) 836-8048 Correo electrónico: nc@ncnorma.cu



Cuban National Bureau of Standards

NC 384: 2005

Prefacio

La Oficina Nacional de Normalización (NC), es el Organismo Nacional de Normalización de la República de Cuba que representa al país ante las Organizaciones Internacionales y Regionales de Normalización.

La elaboración de las Normas Cubanas y otros documentos se realiza generalmente a través de los Comités Técnicos de Normalización. Su aprobación es competencia de la Oficina Nacional de Normalización y se basa en las evidencias del consenso.

Esta Norma Cubana:

- Ha sido preparada por el **CTN 49 de Azúcares** integrado por las siguientes instituciones:

- Ministerio del Azúcar.
- Ministerio de Ciencia, Tecnología y Medio Ambiente.
- Ministerio de Comercio Exterior.
- Ministerio de Comercio Interior.
- Ministerio de la Industria Alimenticia.
- Ministerio de Salud Pública.

- Se corresponde con la determinación de sulfito mediante el empleo de la rosanilina en un método fotocolorimétrico en azúcar blanco GS 2/1/7-33 (2000) que es un método catalogado como oficial por la ICUMSA.

- Sustituye a las NC 81-19: 84. Azúcares blanco directo. Determinación de Dióxido de Azufre. Y NC 81- 28: 85. Azúcar Blanco directo. Determinación de Dióxido de Azufre. Método de ensayo rutinario.

© NC, 2005

Todos los derechos reservados. A menos que se especifique, ninguna parte de esta publicación podrá ser reproducida o utilizada en alguna forma o por medios electrónicos o mecánicos, incluyendo las fotocopias, fotografías y microfilmes, sin el permiso escrito previo de:

Oficina Nacional de Normalización (NC)

Calle E No. 261, Vedado, Ciudad de La Habana, Habana 4, Cuba.

Impreso en Cuba

Índice

Prefacio	2
Indice	3
Introducción	4
1. Alcance y esfera de aplicación	5
2. Fundamento del método	5
3. Reactivos	5
4. Utensilios e instrumentos	6
5. Procedimiento	6
6. Expresión de los resultados	7
Bibliografía	8

0 Introducción

El control del contenido del dióxido de azufre en los azúcares blancos está estipulado por los requerimientos establecidos del Codex Alimentarius y por lo tanto es un parámetro que es necesario normar para un azúcar de este tipo. Además, en los contratos de venta de estos productos algunos clientes exigen su control acorde con las normas sanitarias de sus respectivos países o porque el contenido de SO_2 es importante en el proceso tecnológico posterior donde se utilizaran estos azúcares. Es por ello, que se hace necesario contar con un método de ensayo que permita determinar el contenido de SO_2 en los azúcares blancos.

DETERMINACIÓN DE DIÓXIDO DE AZUFRE EN AZÚCAR BLANCO MEDIANTE EL MÉTODO COLORIMÉTRICO DE LA ROSANILINA

1 Alcance y esfera de aplicación

Este método se basa en la determinación colorimétrica de SO_2 y es aplicable solamente a los azúcares blancos.

2 Fundamento del método

Se basa en la medición de la absorción, a 560 nm, del complejo sulfito/rosanilina después que el sulfito ha reaccionado con el formaldehído.

3 Reactivos

ADVERTENCIA Y PRECAUCIONES DE SEGURIDAD

LOS USUARIOS DE ESTE MÉTODO DEBEN MANIPULAR CON CUIDADO EL CLORHIDRATO DE ROSANILINA, EL FORMALDEHIDO Y LOS OTROS REACTIVOS AQUÍ MENCIONADOS.

3.1 Agua destilada o desionizada.

3.2 Solución de clorhidrato de rosanilina (saturada). Adicione 1.0 g de clorhidrato de rosanilina a 100 ml de agua destilada, caliente hasta 50°C y enfríe agitando. Después de 48 horas de reposo, filtre la solución.

3.3 Solución de rosanilina decolorada. Transfiera 4 ml de la solución de clorhidrato de rosanilina saturada (3.2) a un matraz aforado de 100 ml. Añada 6 ml de ácido clorhídrico concentrado (3.8) y enrase. Aunque la decoloración ocurre muy rápido, se recomienda dejar en reposo la solución durante 1 hora antes de su empleo.

3.4 Solución de formaldehído (aproximadamente 0.2 g/100 ml). Diluya 5 ml de solución de formaldehído grado analítico, $\rho_{20} \approx 1.070\text{--}1.080$ g/ml hasta 1 000 ml y homogeneice.

3.5 Solución de sacarosa pura. Disuelva 100 g de sacarosa calidad analítica (libre de sulfito) en agua, enrase hasta 1 000 ml y homogeneice.

3.6 Solución de hidróxido de sodio, 0.1 mol/l.

3.7 Solución de yodo, 0.05 mol/l. Disuelva 20 g de yoduro de potasio calidad analítica libre de yodato en 40 ml de agua destilada en un matraz aforado de 1 000 ml, adicione 12.69 g de yodo calidad analítica agite hasta que el yodo se haya disuelto completamente, enrase y homogeneice.

3.8 Ácido clorhídrico concentrado, $\rho_{20} \approx 1.18$ g/ml.

3.9 Solución de ácido clorhídrico, aproximadamente 1 mol/l.

3.10 Indicador de almidón (para yodo). Utilice el indicador comercial que provee la Merck, la BDH u otro proveedor confiable. También puede homogeneizar una mezcla formada por 99,0 g de cloruro de sodio y 1.0 g de almidón, ambos puros para análisis. Conserve esta solución dentro de un frasco hermético en un lugar fresco y seco.

3.11 Solución de tiosulfato de sodio, 0.1 mol/l. Disuelva 24.817 g de tiosulfato de sodio penta hidratado calidad analítica en 200 ml de agua destilada dentro de un matraz aforado de 1 000, una vez disuelto enrase y homogeneice.

3.12 Solución de referencia de sulfito. Disuelva aproximadamente 2.5 g de sulfito de sodio heptahidratado grado analítico con la solución de sacarosa (3.5) y complete hasta 500 ml con la solución de sacarosa (3.5). Valore la solución resultante de la forma que a continuación se describe: coloque 25 ml de la solución de yodo (0.05 mol/l) (3.7) en un Erlenmeyer de aproximadamente 300 ml, y añada 10 ml de una solución 1 mol/l de ácido clorhídrico (3.9) y a continuación 100 ml de agua destilada. Adicione 25 ml de solución referencia de sulfito al Erlenmeyer mientras lo agita. Seguidamente valore el exceso de yodo con la solución de tiosulfato de sodio al 0.1 mol/l (3.11) hasta que el contenido del frasco tome un color pajizo claro. Añada 0.2 a 0.5 g del indicador (3.10) y continúe la valoración hasta que el color azul desaparezca. Anote el volumen (V) consumido.

3.13 Solución de referencia de sulfito diluida. Diluya 5 ml de la solución referencia de sulfito (3.12) hasta exactamente 100 ml con solución de sacarosa pura (3.5). El valor exacto del contenido de sulfito, en $\mu\text{g SO}_2/\text{ml}$, se calcula utilizando la siguiente fórmula:

$$c=2(3.203)(25-V)$$

donde:

V es el volumen, en ml, de la solución de tiosulfato de sodio consumido en 3.12
25 volumen, en ml, de la solución de yodo (3.7)
3.203 y 2 son factores que permiten expresar la concentración de sulfito en $\mu\text{g SO}_2/\text{ml}$

4 Utensilios e instrumentos

4.1 Espectrofotómetro o colorímetro para medir a 560 nm.

4.2 Matraces aforados de 100, 500 y 1 000 ml

4.3 Pipetas graduadas de 2, 10 y 25 ml.

4.4 Balanzas que aprecien 0.1 g y 0.1 mg.

4.5 Bureta de 10 ml, que aprecie 0.05 ml

4.6 Tubos de ensayo

5 Procedimiento

5.1 Desarrollo de color. En un matraz de 100 ml (4.2) disuelva de 10 – 40 g de azúcar blanco, adicione 4 ml de una solución de hidróxido de sodio 0.1 mol/l (3.6).

mg SO ₂ /kg	g de azúcar
0-5	40
5-15	20
15-30	10

Enrase y homogeneice.

Trasvase, a un tubo de ensayo limpio y seco, 10 ml (4.3) de dicha solución y adiciónale 2.0 ml de solución de rasanilina decolorada (3.3) y 2.0 ml de solución de formaldehído (3.4), mezcle y déjelo en reposo, a temperatura ambiental, durante 30 minutos. Mida la absorbancia en celda de 1.0 cm a 560 nm. Utilice agua destilada como referencia. Anote el valor de la lectura.

5.2 Curva de referencia. Deposite alícuotas de la solución de referencia diluida de sulfito (3.13) de 1, 2, 3, 4, 5 y 6 ml en matraces aforados de 100 ml y reserve un matraz vacío para el nivel cero de sulfito. A cada matraz añádale 4 ml de la solución de hidróxido de sodio 0.1 mol/l (3.6) y enrase con la solución de sacarosa pura(3.5) y homogeneíce. De cada matraz transfiera una alícuota de 10 ml a un tubo de ensayo limpio y seco. Añada 2 ml de la solución de rosanilina decolorada (3.3) y 2 ml de solución de formaldehído (3.4) y mantenga los tubos a temperatura ambiental durante 30 minutos. Mida la absorbancia según se indica en 5.1. Trace un gráfico con estos valores y las cantidades correspondientes de SO₂ en µg. La cantidad de SO₂ en cada tubo es:

$$cV/10 \text{ (}\mu\text{g SO}_2\text{)}$$

Donde

c es el valor determinado en 3.13

V es la cantidad, en ml, de sulfito diluido añadida cada matraz de 100 ml.

10 es un factor para ajustar el resultado.

6 Expresión de los resultados

6.1 Cálculos. Calcule la concentración de sulfito (**C**) mediante el empleo de la curva de referencia y exprese el resultado como mg de SO₂/kg de azúcar blanco, utilizando la siguiente expresión:

$$C=10g/m$$

Donde:

g es la masa de dióxido de azufre, en µg, determinada según el gráfico

m es la masa de azúcar, en g, utilizada en 5.1.

10 es un factor para ajustar el resultado.

6.2 Precisión. Para azúcares blancos con contenido de sulfito en el intervalo entre 4.20 mg/kg y 27.63 mg/kg, el intervalo de repetibilidad va desde 0.72 mg/kg hasta 5.6 mg/kg, con una repetibilidad promedio de 3.24 mg/kg. Para los mismos azúcares blancos el intervalo de reproducibilidad va desde 1.56 hasta 24.19, con una reproducibilidad promedio de 11.09 mg/kg.

Bibliografia

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

Proc 21nd Session ICUMSA, 1994, 34-35

Harvey, C. W.(1994): Referee's Report, General Subject 2, ICUMSA, 31

ICUMSA Methods Book 1994, GS2/7-33.

ICUMSA Methods Book GS2/1/7-33 (2000).