

ОСОБЕННОСТИ ПРИМЕНЕНИЯ ЙОДОМЕТРИЧЕСКОГО МЕТОДА ОПРЕДЕЛЕНИЯ ДИОКСИДА СЕРЫ В МЕЛАССЕ

Широких Е.В., канд. с.-х. наук
Райник В.В., Кретьова Я.А.

ФГБНУ “Российский научно-исследовательский институт сахарной промышленности”, г. Курск

Аннотация. Показана вариативность показателей мелассы, в том числе по цветности и рН. Приведены результаты экспериментальных исследований по установлению закономерностей влияния данных показателей на возможность фиксации точки эквивалентности при йодометрическом определении диоксида серы. Уточнены оптимальные параметры пробоподготовки мелассы цветностью выше 13000 ед.опт.пл.

Ключевые слова: меласса, диоксид серы, цветность, пробоподготовка, титруемая система, светопоглощение, аликвота

Свекловичная меласса является одним из побочных продуктов при производстве сахара из сахарной свеклы. По внешнему виду меласса представляет собой сиропобразную непрозрачную жидкость темно-бурого цвета с высокой вязкостью и специфическим запахом, многокомпонентного состава, содержащую множество полезных веществ [1]. Состав мелассы непостоянен и изменяется в широких пределах. В таблице 1 приведены данные мониторинга 86 образцов мелассы за 2002...2016 годы, которые подтверждают вариативность показателей мелассы.

Таблица 1

Вариативность показателей качества мелассы

Показатель	Норматив по ГОСТ 30561-2013	Вариативность показателя	
		нижняя граница	верхняя граница
Массовая доля сухих веществ, %	не менее 75,0	73,3	85,0
Массовая доля сахарозы по прямой поляризации, %	не менее 44,0	36,4	63,9
Массовая доля редуцирующих веществ, %	не более 1,0	0,02	2,30
Массовая доля солей кальция в пересчете на СаО, %	не более 1,5	0,57	5,38
рН среды	6,5...8,0	5,2	9,2
Массовая доля суммы сбраживаемых сахаров, %	не менее 46,0	34,3	59,7
Цветность, ед.опт.пл	не нормируется	3861	27580

Кроме мелассы свекловичной в стране производят обедненную мелассу по ТУ 9112-002-01503401-2011 “Меласса свекловичная обедненная” и бетаиновую мелассу по ТУ 9112-004-01503401-2013 “Меласса бетаиновая”. Они отличаются от свекловичной мелассы более высокой концентрацией красящих веществ, что обуславливает их цветность в 1,5...5 раз выше, реакцией среды в диапазоне рН от 8,5 до 11,0.

Специфические требования к безопасности мелассы по содержанию диоксида серы отражены в техническом регламенте Таможенного союза ТР ТС 029-2012 “Требования безопасности пищевых добавок, ароматизаторов и технологических вспомогательных средств”. Однако в настоящее время стандартизованная методика определения диоксида серы в мелассе отсутствует.

Проводимые в институте исследования по изучению возможности применения йодометрического метода для определения диоксида серы в мелассе позволили сформировать последовательность операций пробоподготовки, приводящих к устранению мешающего фона красящих веществ мелассы [2, 3].

Однако известно, что в методе йодометрии важное значение имеет реакция титруемой системы, рН которой не должно быть выше 9, поскольку в сильнощелочной среде протекает побочная реакция йода с щелочью, что не позволяет точно определить количество йода, пошедшее на окисление сульфитов до сульфатов при титровании. В этой связи продолжили изучение влияния параметров цветности и рН мелассы на возможность фиксации точки эквивалентности.

Для этого формировали выборку из 7 образцов меласс с диапазоном цветности от 7 до 43 тыс. ед.опт.пл. и рН в диапазоне 6,6-10,6. Проводили пробоподготовку образцов по сформированной методике [4], измеряли рН титруемой системы и светопоглощение, фиксировали окраску в точке эквивалентности, давая оценку возможности ее визуализации.

По результатам эксперимента (таблица 2) установлено, что рН мелассы за счет значительного разбавления аликвоты, отбираемой в систему для титрования, не оказывает влияния на фиксацию точки эквивалентности, рН титруемой системы находится на приемлемом уровне, не превышая 9,0. Цветность мелассы оказывала влияние на результаты определения в следующей зависимости. У образцов мелассы, цветность которой не превышала 12000 ед.опт.пл. легко фиксировалась окраска в точке эквивалентности, в образцах с цветностью выше 17000 ед.опт.пл. визуализация точки эквивалентности была невозможна. То есть диапазон цветности мелассы 12000-17000 ед.опт.пл. представляет некую переходную зону, в которой появляется риск невозможности фиксации точки эквивалентности. Так, у образца 4 было сложно зафиксировать окраску в точке эквивалентности, при этом светопоглощение титруемой системы было выше 0,200 ед.опт.пл. – ранее установленного критического значения [3], что подтверждает данные предыдущих исследований. Таким образом, для мелассы с цветностью выше 13000 ед.опт.пл. требуется изменение параметров пробоподготовки.

Таблица 2

Результаты влияния параметров мелассы на фиксацию точки эквивалентности

№ образца мелассы	Цветность, ед.опт.пл.	рН среды образца	Светопоглощение титруемой системы, ед.опт.пл.	рН среды титруемой системы	Окраска в точке эквивалентности	Возможность визуализации точки эквивалентности
1	7223	7,9	0,121	6,6	синяя	возможна
2	9476	6,6	0,161	6,6	синяя	возможна
3	11365	8,9	0,188	7,5	серо-бурая светлая	возможна
4	13456	6,9	0,206	6,6	серо-бурая темная	на пределе возможного
5	17025	6,5	0,252	6,6	темно-бурая	невозможна
6	18772	10,6	0,617	8,9	черно-серая	невозможна
7	43241	9,9	1,220	8,2	антрацитовая	невозможна

Для установления указанных параметров были проведены исследования, в которых, варьируя величиной навески мелассы и величиной отбора аликвоты, устанавливали значение величины светопоглощения титруемой системы. Результаты, представленные в таблице 3 свидетельствуют, что величина светопоглощения не более 0,200 ед.опт.пл. достигается только при разбавлении мелассы не менее чем в 100 раз при величине аликвоты 20 см³. Такое же разбавление с аликвотой 25 см³ переводит титруемую систему в состояние с величиной светопоглощения более 0,200 ед.опт.пл.

Таблица 3

Величина светопоглощения титруемой системы при различном разбавлении меласс высокой цветности

Цветность мелассы, ед.опт.пл.	Величина разведения	Аликвота осветленного раствора, см ³	Светопоглощение, ед.опт.пл.
18772	1:50	25	0,617
	1:100	25	0,253
	1:100	20	0,164
43241	1:50	25	1,220
	1:100	25	0,526
	1:100	20	0,190

Исходя из этого оптимальными параметрами пробоподготовки для меласс с цветностью выше 13000 ед.опт.пл. являются следующие: разбавление навески мелассы в 100 раз; доза реактива Герлеса – 1,0 см³ на 200 см³ раствора в мерной колбе; аликвота осветленного раствора в титруемой системе – 20 см³.

Таким образом, проведена систематизация влияния параметров исходной мелассы и аспектов пробоподготовки на возможность фиксации точки эквивалентности при йодометрическом определении диоксида серы, обоснованы и экспериментально установлены оптимальные параметры и последовательность приемов пробоподготовки мелассы с цветностью выше 13000 ед.опт.пл.

Литература

1. Бугаенко, И.Ф. Меласса (свекловичная, тростниковая, сырцовая) состав, методы анализа [Текст] / И.Ф. Бугаенко, С.В. Штерман. – М. : Издат. комплекс МГУПП, 2006. – 76 с.
2. Егорова, М.И. Методологические аспекты пробоподготовки мелассы при определении содержания диоксида серы [Текст] / М.И. Егорова, Е.В. Широких, Я.А. Кретьова // Вестник ВГУИТ. – 2015. – № 3. – С. 144-148.
3. Широких, Е.В. Исследование вариантов пробоподготовки мелассы при йодометрическом определении диоксида серы [Электронный ресурс] / Е.В. Широких, Я.А. Кретьова // Научное обеспечение инновационных технологий производства и хранения сельскохозяйственной и пищевой продукции : сб. матер. III Всерос. научн.-практ. конф. молодых ученых и аспирантов, 4 – 25 апреля 2016 г., г. Краснодар. – С. 452-456. URL: http://vniitti.ru/conf/conf_2016/sbornik_conf_2016.pdf.
4. Егорова, М.И. Йодометрия при исследовании сахаросодержащих растворов [Текст] / М.И. Егорова, Е.В. Широких, Я.А. Кретьова, В.В. Райник // Сахар. – 2016. – № 10. – С. 36-39.