

---

## प्रयोग 4 सल्फर डाइऑक्साइड का निर्धारण

---

### इकाई की रूपरेखा

- 4.1 प्रस्तावना  
उद्देश्य
- 4.2 प्रयोग  
सिद्धांत  
वांछित सामग्री  
प्रक्रिया  
पर्यवेक्षण  
गणना  
परिणाम
- 4.3 सावधानियां

---

### 4.1 प्रस्तावना

---

सल्फर डाइऑक्साइड तथा सल्फाइट विविध प्रकार के खाद्य परिरक्षक हैं जिनके अनेक लाभदायक कार्य होते हैं। खाद्य उत्पादों में परिरक्षक के रूप में प्रयुक्त किया गया सल्फर डाइऑक्साइड अवियोजित सल्फोरस अम्ल के रूप में, मुक्त बाइसल्फाइट आयन के रूप में, मुक्त सल्फाइट आयन तथा/अथवा संयुक्त SO<sub>2</sub> हाइड्रॉक्सी सल्फोनेट के रूप में विद्यमान होता है। तथापि, यदि इसका अधिक मात्रा में उपभोग कर लिया जाए तो हानिकारक प्रभाव भी हो सकता है। अतः अन्य सभी परिरक्षकों की तरह खाद्य पदार्थों में सल्फाइटों की सर्वोच्च अनुमत्य सीमा निर्धारित की गई है। इसके अतिरिक्त सभी खाद्य पदार्थों में सल्फाइटों के प्रयोग की अनुमति नहीं है।

खाद्य पदार्थों में सल्फाइटों के आकलन के लिए दो विधियों का प्रयोग किया जाता है। दोनों ही विधियों में सल्फर डाइऑक्साइड के अपचयन गुण का प्रयोग होता है। एक विधि में सल्फर डाइऑक्साइड (जलीय घोल में सल्फोरस अम्ल को सल्फ्यूरिक अम्ल में बदलने के लिए) को ऑक्सीकृत करने के लिए आयोडीन का प्रयोग किया जाता है, जबकि दूसरी विधि में उत्पाद से सल्फर डाइऑक्साइड के विमोचन या मुक्ति के पश्चात् ऑक्सीकरण प्रतिक्रिया के लिए हाइड्रोजन परॉक्साइड का प्रयोग किया जाता है। बाद की विधि अधिक भरोसेमंद है, अतः इसका उपयोग व्यापक रूप से किया जाता है।

### उद्देश्य

इस प्रयोग के अध्ययन एवं निष्पादन के बाद आप निम्न कार्य कर सकेंगे:

- आसवन विधि से खाद्य उत्पादों में सल्फर डाइऑक्साइड अंश का आकलन कर सकेंगे।

---

### 4.2 प्रयोग

---

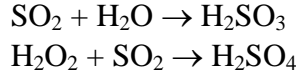
#### 4.2.1 सिद्धांत

इस विधि में खाद्य उत्पादों में कुल सल्फर डाइऑक्साइड की मात्रा नापी जाती है। उत्पाद में उपस्थित सल्फाइट जब हाइड्रोक्लोरिक अम्ल के साथ उबाले जाते हैं तो वे सल्फर डाइऑक्साइड के रूप में मुक्त होते हैं। निर्मोचित सल्फर डाइऑक्साइड हाइड्रोजन परॉक्साइड घोल में अवशोषित होती है जो इसे सल्फ्यूरिक अम्ल में

प्रयोगात्मक पुस्तिका – खाद्य गुणवत्ता परीक्षण एवं मूल्यांकन

ऑक्सीकृत करती है। सल्फाइट अंश निर्माचित सल्फयूरिक अम्ल से प्रत्यक्षतः संबंधित होता है, जिसका पता मानक सोडियम हाइड्रॉक्साइड घोल के साथ टाइट्रेशन द्वारा लगाया जाता है।

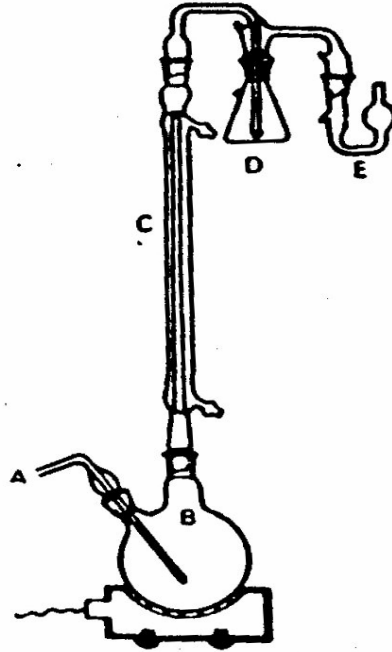
इसमें सम्मिलित प्रतिक्रियाएं हैं:



#### 4.2.4 वांछित सामग्री

##### उपकरण

क) सल्फर डाइऑक्साइड के निर्धारण हेतु प्रयुक्त होने वाले कांच के सभी आसवन उपकरण नीचे दिए गए चित्र में दर्शाए गए हैं:



चित्र 4.1: सल्फर डाइऑक्साइड के निर्धारण के लिए प्रयुक्त होने वाले कांच के सभी आसवन उपकरण: A) कांच की इनलेट नलिका, B) 500 मि.ली. का गोल तली वाला फ्लास्क, C) संघनित्र, D) 250 मि.ली. का कॉनिकल फ्लास्क, E) ट्रैप

ख) ब्यूरेट, 10 मि.ली.

##### अभिकर्मक

क) जलीय हाइड्रोक्लोरिक अम्ल: 4M. प्रत्येक विश्लेषण के लिए 30 मि.ली. HCl तथा 60 मि.ली. अ-आयनित जल मिलाकर 90 मि.ली. घोल तैयार करें।

ख) मिथाइल रेड संकेतक: 250 मि.ग्रा. मिथाइल रेड 100 मि.ली. इथेनॉल में घोलें।

ग) 0.05 N NaOH घोल

घ) 3% हाइड्रोजन परॉक्साइड घोल: प्रत्येक विशेषण के लिए 3 मि.ली. अभिकर्मक श्रेणी की 30% H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> को 30 मि.ली. आसुत जल में मिलाएं। उपयोग से ठीक पहले

इसमें 3 बूंदें मिथाइल रेड संकेतक की डालें तथा 0.01 N NaOH के साथ पीला अंतिम बिंदु प्राप्त करने तक टाइट्रेट करें।

सल्फर डाइऑक्साइड का निर्धारण

ड.) नाइट्रोजन गैस: यह अत्यधिक शुद्ध होनी चाहिए तथा इसका उपयोग रेगुलेटर सहित किया जाना चाहिए, ताकि 200 मि.ली. प्रति मिनट का प्रवाह बना रहे।

### 4.2.3 प्रक्रिया

आसवन उपकरण के संघनित्र में ठंडा जल परिचालित करें। ग्रेजुएटिड (अंशांकित) सिलेण्डर से 20 मि.ली., 3% वाला हाइड्रोजन परॉक्साइड घोल कॉनिकल फ्लास्क (D) तथा 5 मि.ली. ट्रैप (E) में डालें। उपकरण सुसज्जित करें तथा संघनित्र जोड़ दें। मिश्रित नमूने की 50 ग्रा. मात्रा तौलें तथा गैस इनलेट नलिका ज्वाइंट के माध्यम से इसे गोल तली वाले फ्लास्क (B) में डालें व 300 मि.ली. पानी मिलाएं। इनलेट नलिका को तत्काल यथास्थान जोड़ दें और यह सुनिश्चित करें कि सभी जोड़ भली प्रकार चिकनाई युक्त हों व सख्ती से जुड़े हों। अब इनलेट नलिका को निकालें तथा इसमें धीरे-धीरे 20 मि.ली. 4N HCl डालें। यह सुनिश्चित करें कि नाइट्रोजन गैस के बुलबुले गैस इनलेट नलिका के माध्यम से प्राप्तकर्ता फ्लास्क में प्रवेश कर जाएं। यदि ऐसा न हो तो यह जांचें कि जोड़ों में कोई रिसाव तो नहीं है। नाइट्रोजन का प्रवाह इस प्रकार समायोजित करें कि नलिका से होकर प्रति मिनट 15 से 20 बुलबुले प्रवाहित हों। फ्लास्क में उपस्थित सामग्री को खौलने तक गर्म करें और हीटर को इस प्रकार समायोजित करें कि सामग्री धीरे-धीरे खौले। सामग्री को 30 मिनट तक खौलाएं। इसके बाद गर्म करना बंद करें तथा एसेम्बली को अलग करके कॉनिकल फ्लास्क और हाइड्रोजन परॉक्साइड युक्त ट्रैप को हटा दें। ट्रैप में उपस्थित हाइड्रोजन परॉक्साइड घोल को कॉनिकल फ्लास्क में हस्तांतरित करें तथा ट्रैप को पानी से धोते हुए इस धावन को भी फ्लास्क में हस्तांतरित कर लें।

### आकलन

संकेतक की 3 बूंदें डालें। इसके तत्काल बाद कॉनिकल फ्लास्क (D) में उपस्थित सामग्री को 0.05N NaOH के साथ पीला अंतिम बिंदु प्राप्त होने तक टाइट्रेट करें। यह पीला रंग 20 सैकंड तक रहता है। सल्फाइट अंश की गणना करें जो प्रति कि.ग्रा. खाद्य पदार्थ में मि.ग्रा. SO<sub>2</sub> (पीपीएम) के रूप में व्यक्त किया जाता है।

### 4.2.4 पर्यवेक्षण

नमूने का भार = W = ----- ग्रा.

NaOH घोल की सामान्यता = N

NaOH (टाइटर) का आयतन = V = ----- मि.ली.

### 4.2.5 गणना

1 मि.ली. 0.05 N NaOH = 1.6 मि.ग्रा. SO<sub>2</sub>

$$(V \times N \times 1.6)$$

अतः N सामान्य NaOH का V मि.ली. =  $\frac{(V \times N \times 1.6)}{0.05}$  = (V × N × 32) --- मि.ग्रा. SO<sub>2</sub>

चूंकि, (V × N × 32) मि.ग्रा. SO<sub>2</sub> नमूने की W g मात्रा में उपस्थित होती है

$$\text{अतः 1 कि.ग्रा. नमूने (पीपीएम) में SO}_2 \text{ (मि.ग्रा.) की मात्रा} = \frac{(V \times N \times 32)}{W} \times 1000$$

#### 4.2.6 परिणाम

नमूने में SO<sub>2</sub> = पीपीएम = मि.ग्रा./कि.ग्रा.

---

#### 4.3 सावधानियां

---

पाठ्यक्रम की 'प्रस्तावना' में वर्णित सामान्य सावधानियों तथा प्रयोगों में इंगित की गई सावधानियों का बहुत ध्यानपूर्वक पालन किया जाना चाहिए।

कांच के सभी आसवन उपकरणों की साज-संभाल बहुत सावधानी से करें। इनके जोड़ सख्त होते हैं। अतः ये उपकरण आसानी से टूट सकते हैं।