

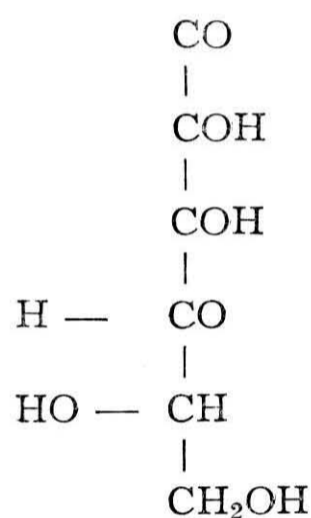
WYROBY PRZEMYSŁU CHEMICZNEGO	NORMA BRANŻOWA	BN-71
	Odczynniki	6193-30
	Kwas askorbinowy	Grupa katalogowa X 52 ¹⁾

1. WSTĘP

1.1. Przedmiot normy. Przedmiotem normy jest kwas askorbinowy stosowany jako odczynnik chemiczny.

Kwas askorbinowy ma:

- wzór sumaryczny $C_6H_8O_6$,
- wzór strukturalny



- masę cząsteczkową 176,13,
- inną nazwę — Witamina C.

1.2. Normy związane

- PN-67/C-01055 Odczynniki i substancje specjalnie czyste. Wytyczne wykonania badań
- PN-68/C-04515 Analiza chemiczna. Oznaczanie małych zawartości metali ciężkich strącanych siarkowodorem
- PN-68/C-04518 Analiza chemiczna. Oznaczanie małych zawartości chlorków w bezbarwnych roztworach metodą turbidymetryczną
- PN-68/C-04519 Analiza chemiczna. Oznaczanie małych zawartości siarczanów w bezbarwnych roztworach metodą turbidymetryczną
- PN-68/C-04521 Analiza chemiczna. Oznaczanie małych zawartości żelaza

¹⁾ Symbol wg SWW dla kwasu askorbinowego: cz.d.a. 1331-111, cz. 1331-428.

PN-68/C-06500 Analiza chemiczna. Przygotowanie odczynników roztworów pomocniczych oraz roztworów do kolorymetrii i nefelometrii

PN-68/C-06501 Analiza chemiczna. Przygotowanie roztworów wskaźników i roztworów buforowych

PN-70/C-80001 Odczynniki. Pakowanie, przechowywanie i transport

PN/C-80047 Odczynniki. Pobieranie próbek i przygotowanie średniej próbki laboratoryjnej

2. PODZIAŁ I OZNACZENIE

2.1. Gatunki. W zależności od zawartości zanieczyszczeń rozróżnia się dwa gatunki kwasu askorbinowego o oznaczeniach:

- cz.d.a. — czysty do analizy,
cz. — czysty.

2.2. Przykład oznaczenia kwasu askorbinowego czystego do analizy:

KWAS ASKORBINOWY cz.d.a. BN-71/6193-30

3. WYMAGANIA

3.1. Wymagania ogólne. Kwas askorbinowy powinien mieć postać białych kryształków lub białego krystalicznego proszku bez zapachu, o kwaśnym smaku, łatwo rozpuszczalnego w wodzie (1 g w 4 cm³), rozpuszczalnego w etanolu (1 g w 30 g) i w metanolu, trudno rozpuszczalnego w acetonie, praktycznie nierozpuszczalnego w chloroformie, eterze, benzenie i tłustych olejach. Pod wpływem światła i powietrza kwas askorbinowy i jego roztwory ciemnieją (żółkną). Kwas askorbinowy wykazuje aktywność optyczną. Temperatura topnienia kwasu askorbinowego 189÷192°C z rozkładem.

Zjednoczenie Przemysłu Farmaceutycznego „Polfa”

Ustanowiona przez Dyrektora Zjednoczenia Przemysłu Farmaceutycznego „Polfa” dnia 14 grudnia 1971 r. jako norma obowiązująca w zakresie produkcji i obrotu od dnia 1 sierpnia 1972 r.

(Mon. Pol. nr 12/1972 poz. 86)

3.2. Wymagania fizyko-chemiczne

Wymagania	Gatunki	
	cz.d.a.	cz.
a) Kwasu askorbinowego, %, nie mniej niż	99,5	99,0
b) Rozpuszczalność	wg 5.2.2	nie normalizuje się
c) Pozostałości po prażeniu (jako siarczan), %, nie więcej niż	0,03	0,05
d) Siarczanów (SO_4^{2-}), %, nie więcej niż	0,0025	0,005
e) Chlorków (Cl^-), %, nie więcej niż	0,03	0,03
f) Żelaza (Fe^{3+}), %, nie więcej niż	0,0002	0,001
g) Metali ciężkich strącanych siarkowodem jako Pb^{2+} , %, nie więcej niż	0,001	0,002

4. PAKOWANIE, PRZECHOWYWANIE I TRANSPORT

Kwas askorbinowy cz.d.a. i cz. należy pakować, przechowywać i transportować zgodnie z PN-70/C-80001 w woreczkach polietylenowych umieszczonych w puszkach z białej blachy z wieczkiem wciskanym lub w puszkach z białej blachy z wieczkiem nakładanym.

Masa netto powinna wynosić 10, 25, 100, 250, 500, 1000 i 5000 g.

Na życzenie odbiorcy i po uzgodnieniu z nim dopuszcza się inny rodzaj i wielkość opakowania, jeżeli przeprowadzone próby wykażą że zabezpiecza ono produkt w sposób nie gorszy od podanego opakowania. Każde opakowanie powinno mieć etykietę podającą 2-letni termin ważności kwasu askorbinowego. Kwas askorbinowy cz.d.a. i cz. należy przechowywać w suchym pomieszczeniu i chronić od światła i zetknięcia z metalami.

5. BADANIA

5.1. Pobieranie próbek. Próbki należy pobierać zgodnie z PN/C-80047. Masa średniej próbki laboratoryjnej powinna wynosić co najmniej 50 g.

5.2. Rodzaje i opis badań

5.2.1. Oznaczenie zawartości kwasu askorbinowego metodą alkalimetryczną

5.2.1.1. Odczynniki i roztwory

a) Wodorotlenek sodowy, roztwór 0,1n.

b) Fenoloftaleina, 0,1-procentowy roztwór alkoholowy przygotowany wg PN-68/C-65001 p. 2.2.15.

5.2.1.2. Wykonanie oznaczenia. Odważyć około 0,4000 g badanego kwasu askorbinowego, rozpuścić w 30 cm³ wody i miareczkować 0,1n roztworem wodorotlenku sodowego wobec fenoloftaleiny.

Zawartość kwasu askorbinowego (X) obliczyć w procentach według wzoru

$$X = \frac{V \cdot 0,01761 \cdot 100}{m}$$

w którym:

V — objętość ściśle 0,1n roztworu wodorotlenku sodowego zużytego do miareczkowania, cm³,

m — odważka badanego kwasu askorbinowego, g,

0,01761 — ilość kwasu askorbinowego odpowiadająca 1 cm³ ściśle 0,1n roztworu wodorotlenku sodowego, g.

5.2.2. Oznaczenie zawartości kwasu askorbinowego metodą bromianometryczną (metoda arbitrażowa)

5.2.2.1. Odczynniki i roztwory

a) Bromek potasowy cz.d.a.

b) Bromian potasowy cz.d.a., roztwór 0,1n.

c) *p*-etoksychryzoidyna, 0,2-procentowy roztwór alkoholowy.

d) Kwas solny cz.d.a. (1,18).

5.2.2.2. Wykonanie oznaczenia. Odważyć około 0,2000 g badanego kwasu askorbinowego, rozpuścić w 10 cm³ wody, dodać 0,5 g bromku potasowego, 10 cm³ kwasu solnego i miareczkować 0,1n roztworem bromianu potasowego wobec 1÷2 kropli roztworu *p*-etoksychryzoidyny dodanych pod koniec miareczkowania.

Zawartość kwasu askorbinowego (X) obliczyć w procentach wg wzoru

$$X = \frac{V \cdot 0,008806 \cdot 100}{m}$$

w którym:

V — objętość ściśle 0,1n roztworu bromianu potasowego użyta do miareczkowania, cm³,

m — odważka badanego kwasu askorbinowego, g,

0,008806 — ilość kwasu askorbinowego odpowiadająca 1 cm³ ściśle 0,1n roztworu bromianu potasowego, g.

Różnica między wynikami otrzymanymi obu metodami nie może przekraczać 0,5% błędu bezwzględnego.

5.2.3. Oznaczanie rozpuszczalności. 2,00 g badanego kwasu askorbinowego rozpuścić w 20 cm³ wody.

Roztwór powinien być bezbarwny, przezroczysty, bez osadu.

5.2.4. Oznaczanie pozostałości po prażeniu (jako siarczany). Należy stosować wytyczne PN-67/C-01055. 5,00 g badanego kwasu askorbinowego, odważonego w uprzednio wyprażonym do stałej masy i zważonym z dokładnością do 0,0002 g w tyglu porcelanowym, ogrzewać na łaźni piaskowej do zwęglenia, a następnie spalić na palniku. Oziębioną pozostałość zwilżyć 0,5 cm³ kwasu siarkowego cz.d.a. (1,84), ogrzewać ponownie na łaźni piaskowej do ustania wydzielania się par kwasu siarkowego, a następnie zawartość tygla wyprażyć w piecu elektrycznym do stałej masy w temperaturze 800°C.

Pozostałość po prażeniu (X), obliczyć w procentach wg wzoru

$$X = \frac{a \cdot 100}{m}$$

w którym:

a — masa wyprażonej pozostałości, g,

m — odważka badanego kwasu askorbinowego, g.

5.2.5. Oznaczanie zawartości siarczanów

5.2.5.1. Odczynniki i roztwory — wg PN-68/C-04519.

5.2.5.2. Wykonanie oznaczania. 2,00 g badanego kwasu askorbinowego rozpuścić w 46 cm³ wody i dalej oznaczanie wykonać wg PN-68/C-04519 p. 2.4.3. Badany kwas askorbinowy odpowiada wymaganiom normy, jeżeli zmętnienie powstałe w badanym roztworze nie będzie intensywniejsze niż zmętnienie roztworu porównawczego przygotowanego równocześnie zawierającego w tej samej objętości taką samą ilość odczynników jak w próbie badanej oraz:

0,05 mg SO₄²⁻ dla odczynnika cz.d.a.,

0,1 mg SO₄²⁻ dla odczynnika cz.

5.2.6. Oznaczanie zawartości chlorków

5.2.6.1. Odczynniki i roztwory — wg PN-68/C-04518 oraz:

a) Kwas azotowy cz.d.a., roztwór 25-procentowy.

b) Nadmanganian potasowy, roztwór 10-procentowy.

c) Kwas szczawiowy cz.d.a., roztwór 1-procentowy.

d) Roztwór wzorcowy zawierający jony Cl⁻, przygotowany wg PN-68/C-06500, rozcieńczony wodą w stosunku 1 : 99.

1 cm³ rozcieńczonego roztworu zawiera 0,01 mg Cl⁻.

5.2.6.2. Wykonanie oznaczania. 0,20 g badanego kwasu askorbinowego rozpuścić w 10 cm³ wody, dodać 2 cm³ roztworu kwasu azotowego, wymieszać, a następnie stale mieszając dodawać kroplami roztwór nadmanganianu potasowego do wystąpienia utrzymującego się różowego zabarwienia roztworu. W celu usunięcia zabarwienia dodać jedną do dwóch kropli roztworu kwasu szczawiowego. W razie potrzeby roztwór przesączyć i dalej postępować wg PN-68/C-04518 p. 2.4.

Badany kwas askorbinowy odpowiada wymaganiom normy, jeżeli powstała po 10 min opalizacja nie jest intensywniejsza od opalizacji roztworu porównawczego, przygotowanego równocześnie i zawierającego w tej samej objętości taką samą ilość odczynników jak w próbie badanej oraz 0,06 mg Cl⁻.

5.2.7. Oznaczanie zawartości żelaza metodą z 2,2'-dwupirydylem (metoda arbitrażowa)

5.2.7.1. Odczynniki i roztwory

a) 2,2'-dwupirydył, roztwór wodno-etanolowy, 5-procentowy.

b) Roztwór wzorcowy zawierający jony Fe³⁺, przygotowany wg PN-68/C-06500 i rozcieńczony wodą w stosunku 1 : 99.

1 cm³ rozcieńczonego roztworu zawiera 0,01 mg Fe³⁺.

5.2.7.2. Wykonanie oznaczania. 2,00 g badanego kwasu askorbinowego rozpuścić w 15 cm³ wody, a następnie dodać 5 cm³ roztworu 2,2-dwupirydyłu.

Badany kwas askorbinowy odpowiada wymaganiom normy, jeżeli powstałe po 20 min zabarwienie badanego roztworu nie będzie intensywniejsze od zabarwienia roztworu porównawczego, przygotowanego równocześnie i zawierającego w tej samej objętości 0,5 g kwasu askorbinowego, 5 cm³ roztworu 2,2'-dwupirydyłu oraz:

0,003 mg Fe³⁺ dla odczynnika cz.d.a.,

0,015 mg Fe³⁺ dla odczynnika cz.

5.2.8. Oznaczanie zawartości żelaza metodą z rodonkiem amonowym

5.2.8.1. Odczynniki i roztwory — wg PN-68/C-04521 p. 2,5 oraz:

a) Perhydrol cz.d.a.

b) Kwas solny cz.d.a. (1,18).

c) Kwas azotowy cz.d.a. (1,4).

d) Roztwór wzorcowy zawierający jony Fe³⁺ przygotowany wg PN-68/C-06500 i rozcieńczony w stosunku 1 : 99.

1 cm³ rozcieńczonego roztworu zawiera 0,01 mg Fe³⁺.

5.2.8.2. Wykonanie oznaczania. 5,00 g badanego kwasu askorbinowego spalić w tyglu kwarc-

wym lub platynowym, dodać 2 cm³ perhydrolu, odparować do sucha na palniku, a następnie wyprażyć w piecu elektrycznym w temperaturze 600°C. Osad w tyglu odparować na łaźni wodnej z 3 cm³ wody królewskiej. Pozostałość rozpuścić w 10 cm³ wody, z dodatkiem 0,2 cm³ kwasu solnego, przenieść do kolby pomiarowej pojemności 50 cm³, uzupełnić wodą do kreski, wymieszać i dalej postępować wg PN-68/C-04521 p. 2.5.3.

Badany kwas odpowiada wymaganiom normy, jeżeli powstałe po 2 min zabarwienie roztworu badanego nie będzie intensywniejsze od zabarwienia roztworu porównawczego przygotowanego równocześnie i zawierającego w tej samej objętości taką samą ilość odczynników jak w próbie badanej oraz:

0,01 mg Fe³⁺ dla odczynnika cz.d.a.,
0,05 mg Fe³⁺ dla odczynnika cz.

5.2.9. Oznaczanie zawartości metali ciężkich strącanych siarkowodorem jako Pb²⁺

5.2.9.1. Odczynniki i roztwory — wg PN-68/C-04515 p. 2.4 oraz amoniak cz.d.a., roztwór 10-procentowy.

5.2.9.2. Wykonanie oznaczenia. 2,00 g badanego kwasu askorbinowego rozpuścić w 20 cm³ wody, zobojętnić amoniakiem, uzupełnić wodą do objętości 30 cm³ i dalej postępować wg PN-68/C-04515 p. 2.5.1.

Badany kwas askorbinowy odpowiada wymaganiom normy, jeżeli powstałe po 10 min zabarwienie roztworu badanego nie będzie intensywniejsze od zabarwienia roztworu porównawczego, przygotowanego równocześnie i zawierającego w tej samej objętości tę samą ilość odczynników jak w próbie badanej oraz:

0,02 mg Pb²⁺ dla odczynnika cz.d.a.,
0,04 mg Pb²⁺ dla odczynnika cz.

K O N I E C

INFORMACJE DODATKOWE do BN-71/6193-30

Zalecenia międzynarodowe

RWPG PC 1744-69 Реактивы. Кислота аскорбиновая