

wyc. 18. II. 98 IV. 5/198/
 dat. PN-A-04019:98
 ob

UKD 664.144/149:547.475.2.062

WYROBY PRZEMYSŁU SPOŻYWCZEGO	NORMA BRANŻOWA	BN-68
	Wyroby cukiernicze trwałe	8090-09
	Oznaczanie witaminy C	Grupa katalogowa XII 49

1. WSTĘP

1.1. Przedmiot normy. Przedmiotem normy jest oznaczanie zawartości witaminy C (kwasu L-askorbinowego) w wyrobach cukierniczych trwałych metodą Tillmansa.

1.2. Określenia. Roztwór Tillmansa - mianowany 0,001n roztwór 2,6-dwuchlorofenoloindofenolu.

1.3. Normy związane
PN-60/A-74858 Wyroby cukiernicze trwałe. Pobieranie próbek

2. METODA OZNACZANIA

2.1. Zasada oznaczania metodą Tillmansa polega na redukcji barwnego roztworu 2,6-dwuchlorofenoloindofenolu z jednoczesnym utlenieniem kwasu L-askorbinowego do kwasu dehydroaskorbinowego.

2.2. Przyrządy

- a) Mikrobiureta z ciemnego lub ze zwykłego szkła zaciemniona pojemności 10 ml.
- b) Kolba pomiarowa pojemności 100 ml.
- c) Pipety mikrobiologiczne pojemności 2 i 10 ml.
- d) Kolba pomiarowa pojemności 1000 ml.
- e) Pipety chemiczne (Mohra) pojemności 25 i 100 ml.
- f) Zlewka pojemności 150 ml.
- g) Cylinder pomiarowy pojemności 50 ml.
- h) Moździerz.
- i) Kolba stożkowa pojemności 150 ml.
- j) Kolba stożkowa z doszlifowanym korkiem pojemności 200 ml.
- k) Butla szklana z ciemnego szkła z doszlifowanym korkiem pojemności 1000 ml.
- l) Lejek szklany.

2.3. Odczynniki

- a) Kwas szczawiowy cz.d.a., roztwór 2-procentowy.
- b) Kwas siarkowy cz.d.a., roztwór 10-procentowy.
- c) 2,6-dwuchlorofenoloindofenol cz.d.a.
- d) Kwaśny węgiel sodowy cz.d.a.
- e) Jodek potasowy cz.d.a.
- f) Tiosiarczan sodowy cz.d.a., mianowany roztwór 0,01n.
- g) Skrobia rozpuszczalna, roztwór 1-procentowy.
- h) Nitrobenzen cz. (świeżo predestylowany).
- i) Aceton cz.

- j) Piasek kwarcowy.
- k) Woda dwukrotnie destylowana.
- l) Bibuła do sączenia.

2.4. Przygotowanie mianowanego roztworu Tillmansa

2.4.1. Sporządzanie roztworu. Do kolby pomiarowej na 1000 ml odważyć 0,25 g 2,6-dwuchlorofenoloindofenolu i 0,05 g kwaśnego węgla sodowego, następnie uzupełnić kolbę do kreski wodą dwukrotnie destylowaną. Zawartość kolby pozostawić w chłodnym i ciemnym miejscu na 24 godz. Po upływie tego czasu roztwór przesączyć do naczynia z ciemnego szkła, po czym ustalić miano roztworu. Odczynnik przechowywać w miejscu zaciemnionym w temperaturze 0±5°C. Miano roztworu oznaczać co 7 dni.

2.4.2. Ustalanie miana. Do kolby stożkowej pojemności 200 ml z doszlifowanym korkiem odważyć 1,5 g jodku potasowego, rozpuścić w 20 ml wody destylowanej (świeżo przegotowanej), dodać 1 ÷ 2 ml 10-procentowego roztworu kwasu siarkowego i przenieść pipetą 25 ml przygotowanego roztworu 2,6-dwuchlorofenoloindofenolu. Próbkę pozostawić w ciemnym miejscu na 10 min, a następnie odmiareczkować wydzielony jod 0,01n roztworem tiosiarczanu sodowego używając jako wskaźnika 1-procentowego roztworu skrobi. Równolegle przeprowadzić ślepa próbę bez dodatku roztworu 2,6-dwuchlorofenoloindofenolu.

Miareczkowanie powtarzać 3-krotnie i za wynik miareczkowania przyjąć średnią arytmetyczną co najmniej trzech wyników różniących się nie więcej niż o 0,1 ml.

2.4.3. Obliczanie miana. Normalność roztworu Tillmansa (X) obliczyć wg wzoru

$$X = \frac{(a - b) \cdot n}{c}$$

w którym:

- a - objętość 0,01n roztworu tiosiarczanu sodowego zużytego do miareczkowania, ml,
- b - objętość 0,01n roztworu tiosiarczanu sodowego zużytego do miareczkowania w ślepej próbie, ml,
- c - objętość roztworu Tillmansa pobranego do miareczkowania, ml,
- n - normalność roztworu tiosiarczanu sodowego.

Centrala Zjednoczenia Przemysłu Cukierniczego
Ustanowiona przez Dyrektora Centrali ZPC dnia 24 grudnia 1968 r. jako norma obowiązująca
w zakresie metod badań od dnia 1 października 1969 r.
(Mon. Pol. nr 14/1969 poz. 110)

Współczynnik (f) do przeliczenia mililitrów sporządzonego roztworu o normalności X na mililitry 0,001n roztworu Tillmansa obliczyć wg wzoru

$$f = X \cdot 1000$$

2.5. Przygotowanie roztworu do oznaczania

2.5.1. Przygotowanie roztworu do badań wyrobów rozpuszczalnych w kwasie szczawiowym. Średnią próbkę badanego wyrobu pobraną wg PN-60/A-74858 rozdrobnić w moździerzu, odważyć w zlewce ilość podaną w tabelicy (w zależności od przypuszczalnej ilości witaminy C zawartej w badanej próbce) i rozpuścić w około 30 ml 2-procentowego roztworu kwasu szczawiowego. Następnie przenieść ilościowo do kolby pomiarowej pojemności 100 ml i uzupełnić do kreski 2-procentowym roztworem kwasu szczawiowego.

Przypuszczalna zawartość witaminy C w badanym wyrobie, mg%	Masa badanego wyrobu pobrana do analizy, g
500 ± 250	1,0
250 ± 100*	3,0
100 ± 50	5,0
50 ± 25	10,0
25 ± 5	50,0

2.5.2. Przygotowanie roztworu do badań wyrobów nierozpuszczalnych w kwasie szczawiowym. Pobraną wg PN-60/A-74858 średnią próbkę w ilości podanej w tabelicy rozetrzeć w moździerzu z 3 ± 5 g płasku kwarcowego i 10 ml 2-procentowego kwasu szczawiowego. Po rozraniu rozcieńczyć otrzymaną papkę 40 ml 2-procentowego kwasu szczawiowego i przesączyć do kolby pomiarowej pojemności 100 ml. Przemycać 2-procentowym kwasem szczawiowym do wypełnienia kolby do kreski.

2.6. Wykonanie oznaczania

2.6.1. Miareczkowanie wyrobów bezbarwnych lub słabo zabarwionych. Pobrać pipetą do kolby stożkowej 5±10 ml przygotowanego wg 2.4.1 lub 2.4.2 badanego roztworu (zawartość kwasu L-askorbinowego w pobranej ilości roztworu do miareczkowania powinna się wahać w granicach 0,2 ± 0,6 mg) i szybko miareczkować roztworem Tillmansa. Pierwszy wynik

przyjąć jako orientacyjny. Do następnych dwóch miareczkowań dodać o 0,5 ml mniej roztworu Tillmansa niż to było ustalone po wstępnym miareczkowaniu i szybko zmiareczkować. Koniec miareczkowania następuje z chwilą zabarwienia się roztworu na kolor jasnoróżowy utrzymujący się w ciągu 20 sek.

2.6.2. Miareczkowanie wyrobów zabarwionych. Pobrać 5±10 ml przygotowanego wg 2.4.1 lub 2.4.2 roztworu badanego i dodać 2±3 ml nitrobenzenu. Miareczkować roztworem Tillmansa do różowego zabarwienia nitrobenzenu nie znikającego w ciągu 20 sek wg 2.5.1. Nitrobenzen tworzy dolną warstwę, w której można zaobserwować bez przeszkód punkt przejściowy.

2.6.3. Miareczkowanie wyrobów zawierających dwutlenek siarki. Pobrać 5±10 ml przygotowanego wg 2.4.1 lub 2.4.2 roztworu badanego i dodać acetonu w takiej ilości, aby jego stężenie w roztworze wynosiło 20% i szybko miareczkować 0,001n roztworem Tillmansa wg 2.5.1.

2.7. Obliczanie wyników. Zawartość witaminy C (kwasu L-askorbinowego) (X) w mg na 100 g produktu obliczyć wg wzoru

$$X = \frac{b \cdot f \cdot v \cdot 0,088 \cdot 100}{a \cdot c} \text{ mg\%}$$

w którym:

- a - masa próbki, g,
- b - objętość roztworu Tillmansa zużytego do miareczkowania, ml,
- c - objętość roztworu badanego pobranego do miareczkowania, ml,
- v - objętość płynu, do której rozcieńczono zważoną próbkę, ml,
- f - współczynnik roztworu Tillmansa wg 2.3.3,
- 0,088 - ilość kwasu L-askorbinowego odpowiadająca 1 ml 0,001n roztworu Tillmansa, mg.

2.8. Wynik. Za wynik należy przyjąć średnią arytmetyczną wyników co najmniej 3 oznaczeń różniących się nie więcej niż o 3%. Wynik podać z dokładnością do 0,01%.

K O N I E C