

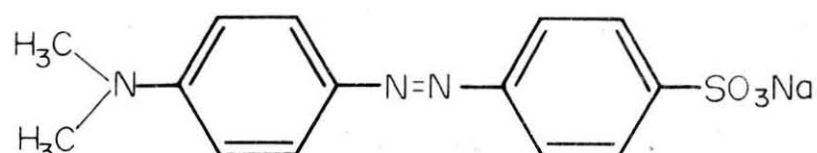
WYROBY PRZEMYSŁU CHEMICZNEGO	N O R M A B R A N Ż O W A	BN-88
	Wskaźniki Oranż metylowy	6197-02
		Zamiast BN-70/6197-02
		Grupa katalogowa 1053

1. WSTĘP

Przedmiotem normy jest oranż metylowy stosowany jako wskaźnik w analizie chemicznej.

Oranż metylowy ma:

- wzór sumaryczny $C_{14}H_{14}N_3SO_3Na$
- wzór strukturalny



- masę molową 327,34 g/mol
- inne nazwy: Heliantyna, sól sodowa kwasu 4-N, N-dwumetyloamino-azobenzenosulfonowego-4.

2. PODZIAŁ I OZNACZENIE

2.1. Gatunki. W normie ustalono dwa gatunki oranżu metylowego oznaczone:

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

2.2. Przykład oznaczenia oranżu metylowego cz.d.a.:

ORANŻ METYLOWY cz.d.a. wsk. BN-88/6197-02

3. WYMAGANIA

3.1. Wymagania ogólne. Oranż metylowy powinien mieć postać drobnokrystalicznego proszku o pomarańczowym zabarwieniu. Oranż metylowy jest dobrze rozpuszczalny w wodzie i roztworach kwasów, nierozpuszczalny w alkoholu.

3.2. Wymagania chemiczne i fizyczne — wg tabl. 1.

Tablica 1

Wymagania	Gatunek	
	cz.d.a. wsk.	wsk.
a) Rozpuszczalność w wodzie	wg p. 5.3.3	wg p. 5.3.3
b) Czułość na zmianę pH	wg p. 5.3.4	wg p. 5.3.4
c) Straty przy suszeniu, % (m/m), nie więcej niż	1,0	3
d) Molowy współczynnik absorpcji: E _{max} przy pH 3,0, nie mniej niż	42 000	36 000
E _{max} przy pH 4,4, nie mniej niż	25 000	24 000
e) Jednorodność chromatograficzna	wg p. 5.3.7	wg p. 5.3.7

4. PAKOWANIE, PRZECHOWYWANIE I TRANSPORT

4.1. Wytyczne ogólne. Oranż metylowy należy pakować, przechowywać i transportować zgodnie z PN-87/C-80001.

4.2. Pakowanie

4.2.1. Opakowanie jednostkowe stanowią słoje szklane typu POCH dla odczynników chemicznych zgodnie z BN-84/6833-23 z nakrętką z tworzywa sztucznego i polietylenową lub inną chemicznie odporną podkładką. Masa netto: 5, 10, 25, 100 g.

W uzgodnieniu z odbiorcą dopuszcza się inny rodzaj opakowania, jeżeli przeprowadzone próby wykażą, że zabezpiecza ono produkt w sposób nie gorszy niż podane opakowania i ma wymiary zgodne z zasadami systemu wymiarowego opakowań wg PN-78/O-79021.

4.2.2. Opakowania transportowe stanowią skrzynki z tarcicy wg BN-63/7161-06 odporne na narażenia mechaniczne, sprawdzone wg PN-86/O-79100 odpowiednio dla grupy 2, klasy 3 i odmiany 1.

Pojedyncze słoje w skrzynkach należy zabezpieczyć przed rozbiciem środkiem amortyzującym i układać w skrzynkach w jednej warstwie.

W uzgodnieniu z odbiorcą i przewoźnikiem dopuszcza się inny rodzaj i wielkość opakowania, jeżeli przeprowadzone próby wykażą, że zabezpiecza ono produkt w sposób nie gorszy niż ww. opakowania i ma wymiary zgodne z PN-78/O-79021.

4.2.3. Znakowanie opakowań jednostkowych należy wykonać zgodnie z PN-87/C-80001 p. 2.8.3.

4.2.4. Znakowanie opakowań transportowych należy wykonać zgodnie z PN-87/C-80001 p. 2.8.4, umieszczając dodatkowo:

- znaki manipulacyjne wg PN-85/O-79252 p. 2.4.1, p. 2.4.3, p. 2.4.4,
- liczbę warstw składowania,
- liczbę warstw ładowania.

4.3. Formowanie jednostek ładunkowych. W przypadku stosowania paletyzacji, jednostki ładunkowe należy formować na paletach o wymiarach 800 × 1200 mm wg PN-81/M-78216.

Zgłoszona przez PPH POLSKIE ODCZYNNIKI CHEMICZNE
Ustanowiona przez Dyrektora Instytutu Chemii Przemysłowej dnia 17 sierpnia 1988 r.
jako norma obowiązująca od dnia 1 maja 1989 r.
(Dz. Norm. i Miar nr 13/1988, poz. 31)

Ładunek na palecie należy zabezpieczyć przed przesuwaniem się i deformacją tak, aby tworzył wraz z paletą zwartą stabilną jednostkę ładunkową i nie powinien być wyższy niż 1,75 m.

4.4. Przechowywanie. Oranż metylowy należy przechowywać zgodnie z PN-87/C-80001 p. 3.1, w pomieszczeniach suchych, o zawartości wilgoci poniżej 50%, przewiewnych, w temperaturze $15 \div 30^\circ\text{C}$, dobrze wietrzonych pomieszczeniach.

Liczba warstw w przechowywaniu:

dla skrzynek drewnianych — 4 warstwy,

dla palet skrzynkowych — 3 warstwy.

4.5. Okres gwarancji. Ustala się okres gwarancji oranżu metylowego na 2 lata.

4.6. Transport. Oranż metylowy nie jest materiałem niebezpiecznym, nie podlega przepisom RID/ADR i może być transportowany dowolnym, krytym środkiem transportu zgodnie z obowiązującymi przepisami kolejowymi i samochodowymi¹⁾.

Do środka transportowego opakowania układać: skrzynki drewniane w 3 warstwach, palety drewniane w 2 warstwach.

5. BADANIA

5.1. Rodzaje badań

- sprawdzenie wymagań ogólnych (3.1),
- oznaczanie zawartości substancji nierozpuszczalnych w wodzie (3.2a),
- oznaczanie czułości na zmianę pH (3.2b),
- oznaczanie strat przy suszeniu (3.2c),
- oznaczanie molowego współczynnika absorpcji $E_{\max}$ w roztworach o pH 3,0 i 4,4 (3.2d),
- badanie jednorodności chromatograficznej metodą chromatografii cienkowarstwowej (3.2e).

5.2. Pobieranie próbek. Próbki należy pobierać zgodnie z PN-88/C-80047. Masa średniej próbki laboratoryjnej powinna wynosić nie mniej niż 15 g.

5.3. Opis badań

5.3.1. Wytyczne ogólne. Podczas analizy, jeżeli nie zaznaczono inaczej, należy stosować wyłącznie odczynniki cz.d.a. oraz wodę destylowaną lub wodę o równoważnej czystości.

5.3.2. Sprawdzenie wymagań ogólnych. Wygląd zewnętrzny oranżu metylowego sprawdzić wizualnie, rozpuszczalność w wodzie sprawdzić wg 5.3.3.

5.3.3. Oznaczanie rozpuszczalności w wodzie. 0,10 g badanego oranżu metylowego, odważonego z dokładnością do 0,01 g, rozpuścić w 80 ml gorącej wody, lekko ogrzewać na łaźni wodnej, przenieść do kolby pomiarowej pojemności 100 ml i dopełnić wodą do kreski.

Badany oranż metylowy odpowiada wymaganiom normy, jeżeli otrzymany roztwór będzie klarowny i nie będzie zawierał nierozpuszczalnych części.

Roztwór zachować do oznaczania czułości na zmianę pH wg 5.3.4.

5.3.4. Oznaczanie czułości na zmianę pH

5.3.4.1. Odczynniki i roztwory. Kwas solny roztwór o $c(\text{HCl}) = 0,1 \text{ mol/l}$.

5.3.4.2. Wykonanie oznaczania. 0,1 ml roztworu oranżu metylowego z oznaczania wg 5.3.3 dodać do 100 ml uprzednio przegotowanej i ostudzonej wody. Do otrzymanego roztworu dodać 0,2 ml roztworu kwasu solnego.

Badany oranż metylowy odpowiada wymaganiom normy, jeżeli roztwór zabarwi się na kolor czerwony.

5.3.5. Oznaczanie strat przy suszeniu. Około 1 g badanego oranżu metylowego, odważonego z dokładnością do 0,0002 g w uprzednio wysuszonym do stałej masy i zważonym z dokładnością do 0,0002 g naczynku wagowym, wysuszyć w suszarce w temperaturze $105 \div 110^\circ\text{C}$ do stałej masy i zważyć.

Straty przy suszeniu (X_1) obliczyć w $\%(m/m)$ wg wzoru

$$X = \frac{m_1 \cdot 100}{m} \quad (1)$$

w którym:

m_1 — masa wysuszonego oranżu metylowego, g,

m — masa odważki badanego oranżu metylowego, g.

5.3.6. Oznaczanie molowego współczynnika absorpcji E

5.3.6.1. Aparatura i przyrządy

a) Spektrofotometr o zakresie promieniowania światła widzialnego,

b) Kuwety szklane o grubości warstwy mierzonej równej 1 cm — 2 sztuki.

5.3.6.2. Odczynniki i roztwory. Roztwory buforowe o pH 3,0 i 4,4 przygotowane wg PN-81/C-06504 p. 2.3.2.4.

Wartość pH sprawdzić na pehametrze i w razie potrzeby dla uzyskania odpowiedniego pH dodać jednego ze składników buforu. Dopuszcza się tolerancje pH $\pm 0,05$.

5.3.6.3. Wykonanie oznaczania. 0,1 g oranżu metylowego odważonego z dokładnością do 0,0002 g przenieść ilościowo do kolby pomiarowej pojemności 100 ml, dopełnić do kreski wodą i wymieszać.

Roztwór A. Z otrzymanego roztworu A pobrać 0,5 ml, przenieść do kolby pojemności 50 ml, dopełnić do kreski buforem o pH 3,0 dokładnie wymieszać i zmierzyć absorbancję tak otrzymanego roztworu w zakresie długości fal $480 \div 520 \text{ nm}$ ($\max = 505 \text{ nm}$). Do drugiej kolby pomiarowej pojemności 50 ml wprowadzić 0,5 ml roztworu A oranżu metylowego i dopełnić do kreski buforem o pH 4,4, wymieszać i zmierzyć absorbancję w zakresie długości fal $440 \div 480 \text{ nm}$ ($\max = 470 \text{ nm}$).

Jako odnośnik stosować odpowiedni roztwór buforowy.

Odczytać maksymalne absorbancje w mierzonych zakresach i molowe współczynniki absorpcji $E_{\max}$ obliczyć wg wzorów

$$E_{\max \text{ pH } 3,0} = \frac{A_x}{b \cdot c} \quad (2)$$

¹⁾ Patrz Informacje dodatkowe p. 3.

$$E_{\max} \text{ pH } 4,4 = \frac{A_y}{b \cdot c} \quad (3)$$

w którym:

- A_x — maksymalna absorbancja roztworu badanej próby odczytana przy długości fali 480÷520 nm, dla roztworu o pH 3,0,
- A_y — maksymalna absorbancja roztworu badanej próby, odczytana przy długości fali 440÷480 nm, dla roztworu pH 4,4,
- b — grubość warstwy mierzonej równa 1 cm,
- c — stężenie mierzonego roztworu oranżu metylowego równe $3,05474 \cdot 10^{-5}$ mol/l.

5.3.7. Badanie jednorodności chromatograficznej metodą chromatografii cienkowarstwowej

5.3.7.1. Aparatura i przyrządy

- a) Komora chromatograficzna wyłożona bibułą.
- b) Płytkę chromatograficzną o wymiarach 25×5 cm pokrytą 0,25 mm warstwą żelu krzemionkowego Kieselgel GF₂₅₄ firmy Merck.
- c) Strzykawka lub mikropipeta pojemności 5 μ l (0,005 ml).

5.3.7.2. Odczynniki i roztwory

- a) Octan etylu.
- b) Pirydyna.
- c) Roztwór rozwijający przygotowany przez zmieszanie octanu etylu, pirydyny i wody w stosunku objętościowym (70+20+10).

Roztwór rozwijający powinien być przygotowany 24 h przed wprowadzeniem do komory i nie powinien być przechowywany dłużej niż 20 dni.

5.3.7.3. Wykonanie oznaczania. Na płytce chromatograficznej zaznaczyć punkt startu w odległości 1,5 cm od dolnego brzegu płytki oraz długość drogi roztworu rozwijającego w odległości 10÷12 cm od punktów startu. Na zaznaczone punkty startu nanieść 5 μ l roztworu oranżu metylowego wg 5.3.6.3 — roztwór A. Odparować rozpuszczalnik z naniesionej plamy w temperaturze pokojowej i płytkę umieścić w komorze chromatograficznej, do której uprzednio wprowadzono roztwór rozwijający w takiej ilości, aby umieszczona płytka zanurzona była do wysokości 1 cm.

Chromatogram rozwijać tak długo, aż czoło roztworu rozwijającego osiągnie zaznaczoną długość drogi.

Płytkę wyjąć, wysuszyć w temperaturze pokojowej, oglądać w świetle dziennym i zaznaczyć środek plamy.

Współczynnik R_F obliczyć wg wzoru

$$R_F = \frac{X_p}{X_R} \quad (4)$$

w którym:

X_p — odległość środka plamy badanej od punktu startu, cm,

X_R — odległość czoła roztworu rozwijającego od punktu startu, cm.

Badany oranż metylowy odpowiada wymaganiom normy, jeżeli na chromatogramie wystąpi jedna plama koloru pomarańczowego o $R_F = 0,35 \pm 0,05$. Dla gatunku wskaźników dopuszczalne jest wystąpienie dodatkowo jednej plamy zanieczyszczeń.

K O N I E C

INFORMACJE DODATKOWE

1. Instytucja opracowująca normę — Przedsiębiorstwo Przemysłowo-Handlowe POLSKIE ODCZYNNIKI CHEMICZNE, Gliwice.

2. Istotne zmiany w stosunku do BN-70/6197-02

- a) wprowadzono oznaczanie molowego współczynnika absorpcji $E_{\max}$ w roztworach o pH 3,0 i 4,4,
- b) wprowadzono badanie jednorodności chromatograficznej metodą chromatografii cienkowarstwowej.

3. Normy i dokumenty związane

- PN-81/C-06503 Analiza chemiczna. Przygotowanie roztworów do kolorymetrii i nefelometrii
- PN-81/C-06504 Analiza chemiczna. Przygotowanie roztworów buforowych
- PN-87/C-80001 Odczynniki i substancje specjalnie czyste. Pakowanie, przechowywanie i transport
- PN-81/M-78216 Palety ładunkowe płaskie jednopłytowe czterowieściowe bez skrzydeł drewniane 800×1200 EUR
- PN-78/O-79021 Opakowania. System wymiarowy
- PN-86/O-79100 Opakowania transportowe. Odporność na narażenia mechaniczne. Wymagania i badania
- PN-85/O-79252 Opakowania transportowe z zawartością. Znaki i znakowanie. Wymagania podstawowe

BN-84/6833-23 Opakowania jednostkowe szklane. Słoje typu POCH do odczynników chemicznych

BN-63/7161-06 Skrzynki i komplety skrzynkowe z tarcicy do odczynników chemicznych

PN-88/C-80047 Odczynniki. Wytyczne pobierania próbek i przygotowania średniej próbki laboratoryjnej

Ustawa z dnia 15 listopada 1984 r. Prawo Przewozowe. (Dz. U. nr 53, poz. 272 z 1984 r.)

Regulamin Przedsiębiorstwa PKP o ładowaniu i zabezpieczaniu przesyłek towarowych (Dz. TiZ.K. nr 9, poz. 68 z 1985 r.)

Przepisy o ładowaniu wagonów towarowych. Załącznik II do Umowy o wzajemnym użytkowaniu wagonów towarowych w komunikacji międzynarodowej (RIV) (Dz. TiZ.K. nr 15, poz. 119 z 1981 r. wraz z późniejszymi zmianami)

Zarządzenie Ministra Komunikacji z dnia 7 marca 1963 r. w sprawie ładowania samochodów ciężarowych i przyczep (Mon. Pol. nr 24, poz. 123 z 1963 r. i nr 35, poz. 250 z 1968 r.)

4. Symbol wg SWW — 1331-21.

5. Autor projektu normy — mgr inż. Małgorzata Witecka-Grabowa — PPH POLSKIE ODCZYNNIKI CHEMICZNE, Gliwice.