

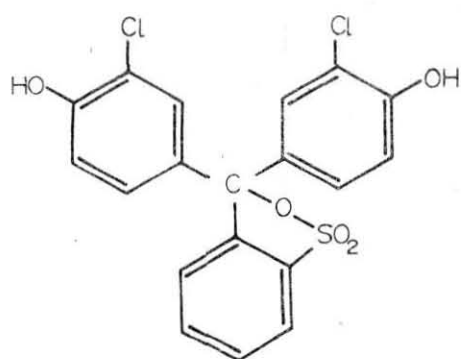
WYROBY PRZEMYSŁU CHEMICZNEGO	N O R M A B R A N Ż O W A	BN-88
	Wskaźniki Czerwień <i>o</i>-chlorofenolowa	6197-06
		Zamiast BN-77/6197-06
		Grupa katalogowa 1053

1. WSTĘP

Przedmiotem normy jest czerwień *o*-chlorofenolowa stosowana jako wskaźnik w analizie chemicznej.

Czerwień *o*-chlorofenolowa ma:

- a) wzór sumaryczny $C_{19}H_{12}O_5Cl_2S$,
- b) wzór strukturalny



- c) masę molową: 423,28 g/mol,
- d) nazwę systematyczną: dwuchlorofenolosulfoftaleina.

2. PODZIAŁ I OZNACZENIE

2.1. Gatunki. W normie ustala się jeden gatunek czerwieni *o*-chlorofenolowej oznaczony: cz.d.a. wsk. — czysty do analizy wskaźnik.

2.2. Przykład oznaczenia czerwieni *o*-chlorofenolowej cz.d.a. wsk.:

CZERWIEŃ *o*-CHLOROFENOLOWA cz.d.a. wsk. BN-88/6197-06

3. WYMAGANIA

3.1. Wymagania ogólne. Czerwień *o*-chlorofenolowa powinna mieć postać ciemnoczerwonego lub brunatnego, krystalicznego proszku, o zielonym metalicznym połysku, rozpuszczalnego w alkoholu etylowym, słabo rozpuszczalnego w wodzie.

3.2. Wymagania chemiczne i fizyczne — wg tablicy.

Wymagania	Gatunki
	cz.d.a. wsk.
a) Rozpuszczalność w alkoholu etylowym 96%(V/V)	całkowita
b) Straty przy suszeniu, %(m/m), nie więcej niż	2,0
c) Stała dysocjacji <i>pK</i>	6,10 ±0,1
d) Molowy współczynnik absorpcji <i>E</i>	
— przy pH 4,8 nie mniej niż	15 000
— przy pH 8,6 nie mniej niż	30 000
e) Jednorodność chromatograficzna	wg 5.3.7
f) Czułość na zmianę pH	wg 5.3.8

4. PAKOWANIE, PRZECHOWYWANIE I TRANSPORT

4.1. Wytyczne ogólne. Czerwień *o*-chlorofenolową należy pakować, przechowywać i transportować zgodnie z PN-87/C-80001 oraz zgodnie z obowiązującymi przepisami transportowymi¹⁾.

4.2. Pakowanie

4.2.1. Opakowanie jednostkowe stanowią słoje typu POCH do odczynników chemicznych, ze szkła oranżowego, wykonane zgodnie z BN-84/6833-23, z nakrętką z tworzywa sztucznego z polietylenową lub inną chemicznie odporną uszczelką.

Masa netto: 1, 5, 10, 25 g.

W uzgodnieniu z odbiorcą dopuszcza się inny rodzaj i wielkość 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 2 i odmiany 1.

¹⁾ Patrz Informacje dodatkowe p. 3.

Zgłoszona przez Przedsiębiorstwo Przemysłowo-Handlowe — Polskie Odczynniki Chemiczne
Ustanowiona przez Dyrektora Instytutu Chemii Przemysłowej dnia 17 sierpnia 1988 r.
jako norma obowiązująca od dnia 1 marca 1989 r.
(Dz. Norm. i Miar nr 15/1988, poz. 36)

Pojedyncze słoje w skrzynkach należy zabezpieczyć przed uszkodzeniem środkiem amortyzującym.

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

4.2.3. Znakowanie opakowań jednostkowych należy wykonać zgodnie z PN-87/C-80001 i PN-76/O-79251.

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

- a) znaki manipulacyjne wg PN-85/O-79252 p. 2.4.1, 2.4.3 i 2.4.4,
- b) liczbę warstw ładowania — 2 warstwy,
- c) liczbę warstw składowania — 3 warstwy.

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.

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

4.4. Przechowywanie. Czerwień *o*-chlorofenolową należy przechowywać w magazynach suchych o zawartości wilgoci poniżej 50%, przewiewnych o temperaturze od 15 do 30°C.

Przechowywać w 3 warstwach.

4.5. Okres gwarancji. Ustala się okres gwarancji czerwieni *o*-chlorofenolowej na 2 lata.

4.6. Transport. Czerwień *o*-chlorofenolowa nie jest materiałem niebezpiecznym wg RID/ADR. Opakowana wg 4.2 może być transportowana dowolnym środkiem transportu, zgodnie z obowiązującymi przepisami kolejowymi lub samochodowymi¹⁾.

Do środka transportowego ładować w 2 warstwach.

5. BADANIA

5.1. Rodzaje badań

- a) sprawdzenie wymagań ogólnych (3.1),
- b) badanie rozpuszczalności w alkoholu etylowym (3.2a),
- c) oznaczanie strat przy suszeniu (3.2b),
- d) oznaczanie stałej dysocjacji *pK* (3.2c),
- e) oznaczanie molowego współczynnika absorpcji *E* (3.2d),
- f) badanie jednorodności chromatograficznej (3.2e),
- g) oznaczanie czułości na zmianę pH (3.2f).

5.2. Pobieranie próbek. Próbkę należy pobierać zgodnie z PN-70/C-80047.

Ogólna masa średniej próbki laboratoryjnej powinna być nie mniejsza niż 10 g.

5.3. Opis badań

5.3.1. Wytyczne ogólne. Podczas analizy, jeżeli nieznaczono inaczej, należy stosować wyłącznie odczynniki

cz.d.a. oraz wodę destylowaną lub wodę o równoważnej czystości.

5.3.2. Sprawdzenie wymagań ogólnych. Wygląd zewnętrzny czerwieni *o*-chlorofenolowej sprawdzić wizualnie, a rozpuszczalność w alkoholu etylowym sprawdzić wg 5.3.3.

5.3.3. Oznaczanie rozpuszczalności w alkoholu etylowym. 0,1 g badanej czerwieni *o*-chlorofenolowej, odważonej z dokładnością do 0,01 g, rozpuścić w 50 ml alkoholu etylowym 96%(V/V) w kolbie pomiarowej pojemności 100 ml i uzupełnić alkoholem do kreski.

Badana czerwień *o*-chlorofenolowa odpowiada wymaganiom normy, jeżeli otrzymany roztwór jest klarowny i nie ma widocznych części nierozpuszczalnych.

Otrzymany roztwór pozostawić do oznaczeń wg 5.3.8.

5.3.4. Oznaczanie strat przy suszeniu. Około 1 g badanej czerwieni *o*-chlorofenolowej, odważonej 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 ÷ 110°C do stałej masy i zważyć.

Straty przy suszeniu (*X*) obliczyć w %(*m/m*) wg wzoru

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

w którym:

- m*₁ — masa wysuszonej czerwieni *o*-chlorofenolowej, g,
- m* — masa odważki badanej czerwieni *o*-chlorofenolowej, g.

5.3.5. Oznaczanie stałej dysocjacji *pK*

5.3.5.1. Aparatura i przyrządy

- a) Spektrofotometr w zakresie promieniowania widzialnego.
- b) Kuwety szklane o grubości warstwy 1 cm — 2 sztuki.

5.3.5.2. Odczynniki i roztwory

- a) Roztwór buforowy fosforanowo-cytrynowy o pH 4,8 wg PN-81/C-06504 p. 2.3.2.4.
- b) Roztwór buforowy fosforanowo-boraksowy o pH 6,3 wg PN-81/C-06504 p. 2.3.2.7.
- c) Roztwór buforowy fosforanowo-boraksowy o pH 8,6 wg PN-81/C-06504 p. 2.3.2.7.
- d) Alkohol etylowy 96%(V/V).

Zmierzyć wartość pH na pehametrze. Dopuszcza się tolerancję pH ±0,05. Jeżeli wartości odbiegają od normy, należy doprowadzić pH do właściwej wartości, dodając jednego ze składników buforu.

5.3.5.3. Wykonanie oznaczania. 0,02 g badanej czerwieni *o*-chlorofenolowej, odważonej z dokładnością do 0,0002 g, rozpuścić w kolbie pomiarowej pojemności 50 ml w 50 ml alkoholu etylowego 96%(V/V) i dobrze wymieszać do całkowitego rozpuszczenia. Część roztworu zachować do oznaczania wg 5.3.7.

W trzech kolbach pomiarowych pojemności 50 ml umieścić po 1 ml tak przygotowanego alkoholowego roztworu czerwieni *o*-chlorofenolowej. Kolbki dopełnić do kreski kolejno roztworami buforowymi wg 5.3.5.2.

¹⁾ Patrz Informacje dodatkowe p. 3.

Sporządzone roztwory czerwieni *o*-chlorofenolowej dobrze wymieszać. Dla każdego roztworu wykonać pomiar absorbancji w zakresie promieniowania od 360 do 660 nm co 5 nm, stosując jako odnośnik odpowiedni roztwór buforowy. Z uzyskanych pomiarów obliczyć wartość pK_{430} dla maksymalnych wartości absorbancji zmierzonych w zakresie 430 ÷ 440 nm oraz pK_{580} dla maksymalnych wartości absorbancji zmierzonych w zakresie 575 ÷ 585 nm wg wzorów

$$pK_{430} = 6,3 - \lg \frac{(Ax\ 6,3 - Ax\ 8,6)}{(Ax\ 4,8 - Ax\ 6,3)} \quad (2)$$

$$pK_{580} = 6,3 - \lg \frac{(Ay\ 6,3 - Ay\ 8,6)}{(Ay\ 4,8 - Ay\ 6,3)} \quad (3)$$

w których:

$Ax\ 6,3\ Ax\ 8,6\ Ax\ 4,8$ — maksymalne absorbancje badanej próbki zmierzone w zakresie 430 ÷ 440 nm w roztworach buforowych o pH 6,3, 8,6 i 4,8,

$Ay\ 6,3\ Ay\ 8,6\ Ay\ 4,8$ — maksymalne absorbancje badanej próbki zmierzone w zakresie 575 ÷ 585 nm w roztworach buforowych o pH 6,3, 8,6 i 4,8.

$pK_{\text{śr}}$ obliczyć jako średnią arytmetyczną uzyskanych wyników dla pK_{430} i pK_{580} .

5.3.6. Oznaczanie molowego współczynnika absorpcji $EpH\ 4,8$ i $EpH\ 8,6$. Z uzyskanych w 5.3.5 pomiarów absorbancji badanej czerwieni *o*-chlorofenolowej wyznaczyć molowe współczynniki absorpcji wg wzorów

$$EpH\ 4,8 = \frac{A_{430}}{1,89} \cdot 10^5 \quad (4)$$

$$EpH\ 8,6 = \frac{A_{580}}{1,89} \cdot 10^5 \quad (5)$$

w których:

$EpH\ 4,8; EpH\ 8,6$ — molowe współczynniki absorpcji,

$A_{430} \pm 5$ — maksymalna absorbancja wyznaczona w zakresie długości fal 430 ÷ 440 nm dla roztworu czerwieni *o*-chlorofenolowej o pH = 4,8,

$A_{580} \pm 5$ — maksymalna absorbancja wyznaczona w zakresie długości fal 575 ÷ 585 nm dla roztworu czerwieni *o*-chlorofenolowej o pH = 8,6,

$\frac{1 \cdot 10^5}{1,89}$ — przelicznik wynikający ze zmiany stężenia roztworu procentowego na stężenie molowe.

5.3.7. Badanie jednorodności chromatograficznej

5.3.7.1. Aparatura i przyrządy

a) Komora chromatograficzna wyłożona bibułą,

b) Płytkę chromatograficzną, pokrytą 0,25 mm warstwą żelu krzemionkowego Kieselgel 60 firmy Merck, wysuszona uprzednio w temperaturze pokojowej w ciągu 24 h.

c) Strzykawka chromatograficzna lub mikropipeta pojemności 0,005 ml (5 µl).

5.3.7.2. Odczynniki i roztwory

a) Alkohol etylowy 96%(m/m).

b) *n*-Butanol.

c) Kwas octowy.

d) Roztwór rozwijający przygotowany przez zmieszanie alkoholu etylowego, alkoholu *n*-butylowego, kwasu octowego i wody w stosunku objętościowym 20 + 60 + 2 + 30.

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

5.3.7.3. Wykonanie oznaczania. Na płytce chromatograficznej zaznaczyć punkty startu w odległości 2 cm od dolnego brzegu płytki oraz długość drogi roztworu rozwijającego w odległości 10 ÷ 12 cm od punktów startu.

Na oznaczony punkt startowy nanieść 0,005 ml roztworu czerwieni *o*-chlorofenolowej przygotowanej wg 5.3.5.3.

Odparować rozpuszczalnik z naniesionej plamy badanego roztworu w temperaturze pokojowej i płytkę umieścić w komorze chromatograficznej do której uprzednio wprowadzono roztwór rozwijający wg 5.3.7.2d) w takiej ilości, aby wstawiona płytka była zanurzona do wysokości 1 cm.

Chromatogram rozwijać tak długo aż czoło roztworu rozwijającego osiągnie zaznaczoną długość drogi. Płytkę wyjąć i wysuszyć w temperaturze pokojowej. Zaznaczyć środki plam. Obliczyć współczynnik (R_f) wg wzoru

$$R_f = \frac{X_p}{X_R} \quad (6)$$

w którym:

X_p — odległość środka plamy badanej czerwieni *o*-chlorofenolowej od punktu startu, cm,

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

Badana czerwien *o*-chlorofenolowa odpowiada wymaganiom normy, jeżeli na chromatogramie wystąpi w świetle widzialnym jedna zwarta plama koloru czerwonego o współczynniku $R_f\ 0,61 \pm 0,10$.

5.3.8. Oznaczanie czułości na zmianę pH. 0,1 ml roztworu badanej czerwieni *o*-chlorofenolowej, przygotowanego wg 5.3.3, dodać do 100 ml uprzednio przegotowanej i wystudzonej wody. Do otrzymanego żółtopomarańczowego roztworu dodać 0,1 ml roztworu wodorotlenku sodowego o $c(\text{NaOH}) = 0,02\ \text{mol/l}$.

Badana czerwien *o*-chlorofenolowa odpowiada wymaganiom normy, jeżeli roztwór zabarwi się na kolor purpurowy.

K O N I E C