

WYROBY PRZEMYSŁU CHEMICZNEGO	NORMA BRANŻOWA	BN-65
	Odczynniki Bromoform	6191-37
		Grupa katalogowa X 52

1. WSTĘP

1.1. Przedmiot normy. Przedmiotem normy jest bromoform stosowany jako odczynnik chemiczny.

Bromoform ma:

- a) wzór chemiczny - CHBr_3 ,
- b) ciężar cząsteczkowy - 252,767 (1963 r.),
- c) inną nazwę - trójbromometan.

1.2. Gatunki. W zależności od zawartości zanieczyszczeń rozróżnia się dwa gatunki bromoformu, oznaczone:

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

1.3. Przykład oznaczenia bromoformu gatunku cz.d.a.:

BROMOFORM cz.d.a. BN-65/6191-37

1.4. Normy związane

PN-54/C-80001 Odczynniki. Opakowanie, znakowanie i przechowywanie

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

PN/C-06500 Odczynniki. Przygotowanie roztworów do kolorymetrii i nefelometrii

2. WYMAGANIA

2.1. Wymagania ogólne. Bromoform powinien być cieczą bezbarwną i przezroczystą o zapachu podobnym do chloroformu i słodkawym smaku, dobrze rozpuszczalną w alkoholu etylowym i eterze, bardzo trudno rozpuszczalną w wodzie, zawierającą około 2% alkoholu etylowego absolutnego jako stabilizatora.

Nakład wznowiony, uwzględnia zmiany i poprawki wprowadzone do dnia 25.IX.1966 r. (Wyd. II)

Polskie Odczynniki Chemiczne

Ustanowiona przez Dyrektora Zjednoczenia Przemysłu Nieorganicznego dnia 18 maja 1965 r.
jako norma obowiązująca w zakresie produkcji od dnia 11 grudnia 1965 r.

(Mon. Pol. nr 67/1965 poz. 386)

2.2. Wymagania szczegółowe

Wymagania	Gatunki	
	cz.d.a.	cz.
a) Zawartość bromoformu (CHBr_3), %, co najmniej	96,0	95,0
b) Gęstość d_4^{20} , co najmniej	2,700	2,700
c) Współczynnik załamania światła n_D^{20} , co najmniej	1,50	1,50
d) Zawartość pozostałości nielotnej, %, najwyżej	0,005	0,01
e) Zawartość wolnego bromu (Br_2)	powinien odpowiadać badaniu wg 4.2.6	
f) Zawartość wolnego kwasu bromowodorowego (Br^-)	0,0004	0,001
g) Zawartość zanieczyszczeń organicznych obcych	wg 4.2.7	nie normalizuje się

3. PAKOWANIE, ZNAKOWANIE I PRZECHEWYWANIE

Bromoform należy pakować, znakować i przechowywać zgodnie z PN-54/C-80001; rodzaj opakowania: butelki ze szkła oranżowego zamykane doszlifowanymi korkami szklanymi lub korkami zwykłymi z nakrętką z tworzywa sztucznego. Masa netto: 25, 100 i 250 g.

Na życzenie odbiorców dopuszcza się inny rodzaj i wielkość opakowania.

4. BADANIA

4.1. Pobieranie próbek. Próbki należy pobierać oraz przygotowywać średnią próbkę laboratoryjną o masie około 300 g, zgodnie z PN/C-80047.

4.2. Rodzaje i wykonanie badań4.2.1. Sprawdzanie tożsamości

a) 2 krople badanego bromoformu ogrzać z 1 kroplą aniliny i 1 ml alkoholowego roztworu wodorotlenku potasowego; mieszanina wydziela przykry zapach izonitrylu;

b) do 0,1 ml badanego bromoformu dodać 1 ml roztworu wodorotlenku potasowego, kilka kropli kwasu azotowego i roztworu azotanu srebra; wytrąca się żółty osad bromku srebra.

4.2.2. Oznaczanie zawartości bromoformu (CHBr_3)4.2.2.1. Odczynniki i roztwory

a) Wodorotlenek potasowy cz.d.a., 0,1n roztwór alkoholowy.

b) Kwas azotowy cz.d.a. (1,15).

c) Azotan srebra cz.d.a., roztwór 0,1n.

d) Rodanek amonowy cz.d.a., roztwór 0,1n.

e) Siarczan żelazowo-amonowy cz.d.a., roztwór nasycony.

f) Fenoloftaleina, 1-procentowy roztwór alkoholowy.

4.2.2.2. Wykonanie oznaczania. Ampułkę pojemności 0,5 ÷ 1 ml z cienkościennej szkła odważyć z dokładnością do 0,0002 g. Część cylindryczną ampułki lekko ogrzać na ogniu i cienki otwarty koniec kapilary zanurzyć do badanego bromoformu, na skutek czego ampłka napełni się do około 0,8 ÷ 1,2 g. Koniec kapilary zatopić i po ochłodzeniu odważyć ampułkę z dokładnością do 0,0002 g.

Zważoną ampułkę umieścić w kolbie pojemności 150 ÷ 200 ml, dodać 7 ml alkoholowego roztworu wodorotlenku potasowego i rozbić ampułkę przez wstrząsanie kolbą lub przy pomocy szklanej pałeczki. Kolbę połączyć za pomocą zwykłego korka z chłodnicą zwrotną i ogrzewać roztwór na łaźni wodnej przez 7 godz, po czym kolbę połączyć ze zwykłą

chłodnicą i oddestylować alkohol. Pozostałość w kolbie rozcieńczyć niewielką ilością wody, zobojętnić kwasem azotowym wobec fenoloftaleiny i dodać jeszcze 10 ml kwasu. Otrzymany roztwór przenieść ilościowo do kolby pomiarowej pojemności 250 ml i uzupełnić objętość wodą do kreski. 50 ml otrzymanego roztworu umieścić w kolbie stożkowej pojemności 250 ml, dodać 40 ml roztworu azotanu srebra, wytrząsnąć i nadmiar srebra odmiareczkować roztworem rodanku amonowego wobec roztworu siarczynu żelazowo-amonowego jako wskaźnika.

Zawartość bromoformu (X) obliczyć w procentach wg wzoru

$$X = \frac{(V - V_1) \cdot 0,0084257 \cdot 250 \cdot 100}{m \cdot 50} = \frac{4,21285 \cdot (V - V_1)}{m}$$

w którym:

V - objętość ściśle 0,1n roztworu azotanu srebra, ml,

V_1 - objętość ściśle 0,1n roztworu rodanku amonowego zużytego do miareczkowania, ml,

m - odważka badanego bromoformu, g,

0,0084257 - ilość bromoformu odpowiadająca 1 ml ściśle 0,1n roztworu azotanu srebra, g.

Należy wykonać 3 równoległe oznaczania i jako zawartość procentową badanego bromoformu podać średnią arytmetyczną. Największa dopuszczalna różnica między poszczególnymi wynikami może wynosić 0,4%.

4.2.3. Oznaczanie gęstości. Gęstość bromoformu należy oznaczać piknometrem w temperaturze 20°C.

4.2.4. Oznaczanie współczynnika załamania światła. Współczynnik załamania światła należy oznaczać refraktometrem w temperaturze 20°C.

4.2.5. Oznaczanie zawartości pozostałości nielotnej. Do 17,4 ml odmierzonych z dokładnością do 0,1 ml badanego bromoformu dodać równą objętościowo ilość alkoholu etylowego absolutnego i odparować na łaźni wodnej do sucha. Pozostałość wysuszyć w temperaturze 105 ÷ 110°C do stałej masy. Badany bromoform odpowiada wymaganiom normy, jeżeli masa wysuszonej pozostałości nie przekroczy:

dla odczynnika cz.d.a. - 2,5 mg,

dla odczynnika cz. - 5,0 mg.

4.2.6. Oznaczanie zawartości wolnego bromu (Br_2). 1,7 ml odmierzonych z dokładnością do 0,1 ml badanego bromoformu umieścić w probówce z dotartym korkiem i dodać 5 ml 10-procentowego roztworu jodku potasowego cz.d.a.

Badany bromoform odpowiada wymaganiom normy, jeżeli dolna warstwa badanego roztworu w porównaniu z roztworem porównawczym, zawierającym tę samą ilość bromoformu bez roztworu jodku potasowego, nie będzie zabarwiona na kolor żółty albo różowy.

4.2.7. Oznaczanie zawartości wolnego kwasu bromowodorowego (Br^-)

4.2.7.1. Odczynniki i roztwory

a) Kwas azotowy cz.d.a. (1,15).

b) Azotan srebra cz.d.a., roztwór 0,1n.

c) Roztwór wzorcowy, zawierający jony Br^- , przygotowany wg PN/C-06500 i rozcieńczony w stosunku 10:1000. 1 ml rozcieńczonego roztworu wzorcowego zawiera 0,01 mg Br .

4.2.7.2. Wykonanie oznaczania. 8,7 ml odmierzonych z dokładnością do 0,1 ml badanego bromoformu umieścić w rozdzielaczu, dodać 10 ml wody, zawartość wyklócić i pozostawić do rozdzielenia się warstw. Następnie oddzielić warstwę wodną, umieścić ją w

kolbie stożkowej pojemności 50 ml, dodać 1 ml kwasu azotowego i 1 ml roztworu azotanu srebra.

Badany bromoform odpowiada wymaganiom normy, jeżeli powstała opalizacja badanego roztworu po upływie 10 min nie będzie intensywniejsza niż opalizacja roztworu porównawczego, zawierającego w tej samej objętości 1 ml kwasu azotowego, 1 ml roztworu azotanu srebra oraz:

dla odczynnika cz.d.a. - 0,1 mg Br^- ,

dla odczynnika cz. - 0,25 mg Br^- .

4.2.8. Sprawdzanie nieobecności zanieczyszczeń organicznych obcych. Do cylindra z doszlifowanym korkiem, uprzednio przemytego kwasem siarkowym, wlać 5 ml badanego bromoformu i 35 ml kwasu siarkowego cz.d.a. (1,84).

Badany bromoform odpowiada wymaganiom normy, jeżeli po 10-minutowym odstaniu w ciemnym miejscu warstwa kwasu siarkowego nie będzie mieć brunatnego zabarwienia.

K O N I E C