

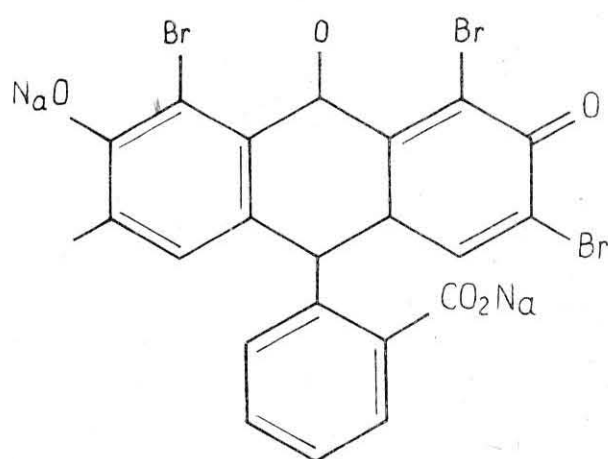
WYROBY PRZEMYSŁU CHEMICZNEGO	N O R M A B R A N Ż O W A	BN-89
	Wskaźniki	6197-09
	Eozyna żółtawa	
	rozpuszczalna w wodzie	Grupa katalogowa 1053

1. WSTĘP

Przedmiot normy. Przedmiotem normy jest eozyna żółtawa, stosowana jako wskaźnik w analizie chemicznej.

Eozyna żółtawa ma:

- a) wzór sumaryczny: $C_{20}H_6Br_4Na_2O_5^-$,
b) wzór strukturalny:



- c) masę molową: 691,88 g/mol,
d) nazwę systematyczną: czterobromofluoresceiny sól dwusodowa,
e) inne nazwy: sól sodowa eozyny, eozyna I, eozyna G, eozyna Y.

2. OZNACZENIE

Norma ustala jeden gatunek eozyny żółtawej — wskaźnik — wsk.:

EOZYNA ŻÓŁTAWA wsk. BN-89/6197-09

3. WYMAGANIA

3.1. Wymagania ogólne. Eozyna żółtawa powinna mieć postać pomarańczowoczerwonego, czerwonego lub czerwono-brązowego proszku, dobrze rozpuszczalnego w wodzie, nierozpuszczalnego w eterze. Stężone roztwory eozyny żółtawej powinny mieć barwę czerwoną z dobrze widoczną zieloną fluorescencją.

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

Tablica 1

Wymagania	Gatunek wsk.
a) Rozpuszczalność w wodzie	wg 5.3.3
b) Specyficzny współczynnik absorpcji $E_{1\%}^{1\text{cm}}$ w zakresie	1100÷1400
c) Straty przy suszeniu w temperaturze 110°C, %(m/m), nie więcej niż	6
d) Zawartość eozyny żółtawej, %(m/m), nie więcej niż	90
e) Jednorodność chromatograficzna	wg 5.3.7
f) Zawartość halogenków (jako brom), %(m/m), nie więcej niż	2

4. PAKOWANIE, PRZECHOWYWANIE I TRANSPORT

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

4.2. Pakowanie

4.2.1. Opakowanie jednostkowe stanowią słoje ze szkła oranżowego zgodnie z BN-84/6833-23, zamykane nakrętkami z tworzywa sztucznego z polietylenową lub inną chemicznie odporną podkładką.

Masa netto: 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 od ww. opakowań 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 I. Pojedyncze słoje w skrzynkach należy zabezpieczyć przed rozbiciem środkiem amortyzującym i układać 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 od ww. opakowań i ma wymiary zgodnie z PN-78/O-79021.

Zgłoszona przez Przedsiębiorstwo Przemysłowo-Handlowe „Polskie Odczynniki Chemiczne”
Ustanowiona przez Dyrektora Instytutu Chemii Przemysłowej dnia 24 marca 1989 r.
jako norma obowiązująca od dnia 1 grudnia 1989 r.
(Dz. Norm. i Miar nr 6/1989, poz. 14)

4.2.3. Znakowanie opakowań jednostkowych należy wykonać zgodnie z PN-87/C-80001 p. 2.8.3 i PN-76/O-79251.

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, 2.4.2 i 2.4.3.

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 należy zabezpieczyć 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. Eozynę żółtawą należy przechowywać w suchych o zawartości wilgoci poniżej 50%, chłodnych (w temperaturze 15÷30°C), dobrze wietrzonych magazynach. Okres gwarancji — 2 lata. W przechowywaniu należy układać eozynę w opakowaniach w 3 warstwach.

4.5. Transport. Eozyna żółtawa nie jest materiałem niebezpiecznym wg RID/ADR i opakowana wg 4.2 może być transportowana dowolnym środkiem transportu zgodnie z obowiązującymi przepisami kolejowymi i samochodowymi¹⁾. Do środka transportowego ładować opakowania w 2 warstwach.

5. BADANIA

5.1. Rodzaje badań

- a) badanie rozpuszczalności w wodzie (3.2a),
- b) oznaczanie specyficznego współczynnika absorpcji $E_{1\text{ cm}}^{1\%}$ (3.2b),
- c) oznaczanie strat przy suszeniu (3.2c),
- d) oznaczanie zawartości eozyny żółtawej (3.2d),
- e) badanie jednorodności chromatograficznej (3.2e),
- f) oznaczanie zawartości halogenków $\%(m/m)$ (3.2f).

5.2. Pobieranie próbek. Próbki należy pobierać zgodnie z PN-88/C-80047. Ogólna masa średniej próbki laboratoryjnej powinna wynosić 10 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 eozyny sprawdzić wizualnie, rozpuszczalność w wodzie sprawdzić wg 5.3.3.

5.3.3. Badanie rozpuszczalności w wodzie. 0,2 g badanej eozyny żółtawej odważonej z dokładnością do 0,0002 g rozpuścić w 100 ml wody. Badana eozyna żółtawa odpowiada wymaganiom normy, jeżeli roztwór jest klarowny i nie ma widocznych części nierozpuszczalnych. Roztwór pozostawić do przeprowadzenia oznaczenia wg 5.3.7.

5.3.4. Oznaczanie specyficznego współczynnika absorpcji $E_{1\text{ cm}}^{1\%}$

5.3.4.1. Aparatura

a) Spektrofotometr o zakresie promieniowania widzialnego.

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

5.3.4.2. Wykonanie oznaczania. Odważyć 0,1 g eozyny żółtawej z dokładnością do 0,0002 g, przenieść ilościowo do kolby pomiarowej pojemności 100 ml, dopełnić wodą do kreski i mieszać aż do całkowitego rozpuszczenia. Do kolby pomiarowej pojemności 100 ml pobrać 1 ml otrzymanego roztworu i dopełnić wodą do kreski. Otrzymany roztwór jest o stężeniu 0,001%. Zmierzyć absorbancję tego roztworu w zakresie długości fal 490 ÷ 520 nm. Maksymalna wartość absorbancji powinna się znajdować przy długości fali max 515 ± 5 nm. Odczytać maksymalną absorbancję i obliczyć specyficzny współczynnik absorpcji $E_{1\text{ cm}}^{1\%}$ wg wzoru

$$E_{1\text{ cm}}^{1\%} = \frac{A}{b \cdot c} = A \cdot 10^{-3} \quad (1)$$

w którym:

A — maksymalna absorbancja,

b — grubość warstwy mierzonej, równa 1 cm,

c — stężenie badanego roztworu równe 0,001%.

5.3.5. Oznaczanie strat przy suszeniu. Około 1 g badanej eozyny żółtawej odważyć z dokładnością do 0,0002 g, umieścić w uprzednio wysuszonym w temperaturze 110°C do stałej masy i zważonym z dokładnością do 0,0002 g naczynku wagowym. Całość umieścić w suszarce o temperaturze 110°C i suszyć do uzyskania stałej masy. Po każdorazowym wyjęciu z suszarki, naczynko z zawartością umieścić w eksykatorze i wychłodzić do temperatury pokojowej i zważyć. Straty przy suszeniu (X_1) obliczyć w $\%(m/m)$ wg wzoru

$$X_1 = \frac{m - m_1}{m} \cdot 100 \quad (2)$$

w którym:

m — masa odważki badanej eozyny, g,

m_1 — masa wysuszonej eozyny, g.

5.3.6. Oznaczenie zawartości eozyny żółtawej

5.3.6.1. Odczynniki i roztwory

a) Kwas azotowy $\rho = 1,38$.

b) Kwas azotowy o $c(\text{HNO}_3) = 0,1 \text{ mol/l}$ przygotowany wg PN-81/C-04530/01.

5.3.6.2. Wykonanie oznaczania. Odważyć około 0,5 g badanej eozyny żółtawej rozpuszczalnej w wodzie z dokładnością do 0,0002 g i przenieść do zlewki pojemności 250 ml. Rozpuścić substancję w 50 ml wody. Roztwór ogrzać do wrzenia i dodać 10 ml kwasu azotowego $\rho = 1,38$, całość ogrzewać na łaźni wodnej w temperaturze 70 ± 5°C przez 2 h, po tym czasie zawartość zlewki ochłodzić do temperatury pokojowej. Wytrącony osad przesączyć przez uprzednio odmyty gorącą wodą od chlorków i wysuszony do stałej masy w temperaturze 110°C tygiel do sączenia G4. Osad przemyć dwukrotnie kwasem azotowym o $c(\text{HNO}_3) = 0,1 \text{ mol/l}$ porcjami po 20 ml. Przesącz zbierać do kolby pomiarowej pojemności 250 ml i pozostawić do wykonania oznaczania wg 5.3.8.

Przemyty osad suszyć do stałej masy, w temperaturze 130°, następnie ochłodzić w eksykatorze do temperatury pokojowej i zważyć.

Zawartość (X_2) eozyny żółtawej rozpuszczonej w wodzie obliczyć w ‰(m/m) wg wzoru

$$X_2 = \frac{a \cdot 1,068}{m} \cdot 100\% \quad (3)$$

w którym:

a — masa powstałego osadu, g,

m — odważka badanej eozyny żółtawej, g,

1,068 — współczynnik przeliczeniowy masy otrzymanej eozyny postaci kwasowej na masę eozyny żółtawej (sól sodowa).

5.3.7. Badanie jednorodności chromatograficznej

5.3.7.1. Aparatura i przyrządy

a) Komora chromatograficzna.

b) Płytkę chromatograficzną szklaną pokrytą 0,25 mm warstwą żelu krzemionkowego F₂₅₄ produkcji firmy Merck, aktywowana w temperaturze pokojowej przez 24 h.

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

5.3.7.2. Odczynniki i roztwory

a) Chloroform.

b) Kwas octowy lodowaty.

c) Roztwór rozwijający o składzie chloroform + kwas octowy = 90 + 10.

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

Na zaznaczone punkty startu nanieść 0,005 ml (5 µl) przygotowanego wg 5.3.3 0,2‰(m/m) roztworu eozyny żółtawej.

Odparować w temperaturze pokojowej rozpuszczalnik z naniesionej plamy, płytkę umieścić w komorze chromatograficznej wyłożonej bibułą do sączenia, nasyconą roztworem rozwijającym wg 5.3.7.2c). Ilość roztworu rozwijającego w komorze chromatograficznej powinna być tak dobrana, by umieszczona w niej płytka była zanurzona do wysokości 1 cm. Chromatogram rozwijać tak długo aż czoło roztworu rozwijającego osiągnie naznaczoną długość drogi. Płytkę wyjąć, wysuszyć w temperaturze pokojowej, wyznaczyć środek geometryczny, występującej na chromatogramie plamy.

Współczynnik R_F obliczyć wg wzoru

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

w którym:

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

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

Badana eozyna żółtawa odpowiada wymaganiom normy jeżeli na płytce występuje tylko jedna zwarta plama koloru żółtego a jej współczynnik R_F będzie wynosił

$$R_F = 0,73 \pm 0,05$$

5.3.8. Oznaczanie zawartości halogenków (jako brom)

5.3.8.1. Odczynniki i roztwory

a) Kwas azotowy $\rho = 1,38$.

b) Azotan srebra o $c(\text{AgNO}_3) = 0,1 \text{ mol/l}$ przygotowany wg PN-81/C-04530/03 p. 2.1.

c) Tiocyjanian potasu o $c(\text{KSCN}) = 0,1 \text{ mol/l}$ przygotowany wg PN-81/C-04530/03 p. 2.2.

d) Ałun żelazowo-amonowy roztwór przygotowany w następujący sposób: zważyć 1,00 g ałunu żelazowo-amonowego, dodać 8 ml wody, 1 ml kwasu azotowego i rozpuścić, lekko ogrzewając.

5.3.8.2. Wykonanie oznaczania. Otrzymany wg 5.3.6.2 przesącz, zebrany do kolby pomiarowej pojemności 250 ml, dopełnić wodą do kreski i wymieszać. Z tego roztworu pobrać pipetą pomiarową 50 ml i przenieść do kolby stożkowej, dodać 0,3 ml kwasu azotowego o $\rho = 1,38$, 10 ml roztworu azotanu srebra o $c(\text{AgNO}_3) = 0,1 \text{ mol/l}$ i dobrze wymieszać do opadnięcia osadu. Nadmiar azotanu srebra odmiareczkować roztworem tiocyjanianu potasowego o $c(\text{KSCN}) = 0,1 \text{ mol/l}$ wobec ałunu żelazowo-amonowego jako wskaźnika. Zawartość halogenków (w przeliczeniu na brom) obliczyć w ‰(m/m) wg wzoru

$$X_3 = \frac{5 \cdot (V_1 - V_2) \cdot 0,00799 \cdot 100}{m} \quad (5)$$

w którym:

V_1 — ilość (10 ml) azotanu srebra ściśle o $c(\text{AgNO}_3) = 0,1 \text{ mol/l}$,

V_2 — ilość zużytego do odmiareczkowania azotanu srebra, tiocyjanianu potasowego ściśle o $c(\text{KSCN}) = 0,1 \text{ mol/l}$,

m — masa odważonej wg 5.3.6.2 próby badanej eozyny żółtawej,

0,00799 — ilość bromu odpowiadająca 1 ml roztworu azotanu srebra ściśle o $c(\text{AgNO}_3) = 0,1 \text{ mol/l}$.

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 ZN-74/MPCh/POCh-48

- a) wprowadzono oznaczanie współczynnika absorpcji,
- b) wprowadzono oznaczanie jednorodności chromatograficznej metodą chromatografii cienkowarstwowej (TLC),
- c) podwyższono zawartość eozyny żółtawej,
- d) wykreślono oznaczanie pozostałości po prażeniu,
- e) wykreślono oznaczanie przydatności.

3. Normy i dokumenty związane

- PN-81/C-06503 Analiza chemiczna. Przygotowanie roztworów do kolorymetrii i nefelometrii
- PN-87/C-80001 Odczynniki i substancje specjalnie czyste. Pakowanie, przechowywanie i transport
- PN-88/C-80047 Odczynniki. Wytyczne pobierania próbek i przygotowania średniej próbki laboratoryjnej
- PN-81/M-78216 Palety ładunkowe płaskie jednopłytowe czterowieściowe bez skrzydeł, drewniane 800×1200 — EUR
- PN-86/O-79100 Opakowania transportowe. Odporność na narażenia mechaniczne. Wymagania i badania
- PN-78/O-79021 Opakowania. System wymiarowy
- PN-76/O-79251 Opakowania jednostkowe z zawartością. Znaki i znakowanie. Wymagania podstawowe
- 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-81/C-04530/01 Analiza chemiczna. Przygotowanie titrantów (roztworów mianowanych). Roztwory stosowane w miareczkowaniach kwas-zasada (alkacymetrycznych)

PN-81/C-04530/03 Analiza chemiczna. Przygotowanie titrantów (roztworów mianowanych). Roztwory stosowane w miareczkowaniach strąceniowych

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. TiZK nr 9, poz. 68, z 1985 r.)

Zarządzenie Ministra Komunikacji z dnia 7 marca 1983 r. w sprawie ładowania samochodów ciężarowych, przyczep (Mon. Pol. nr 24, poz. 123 z 1963 r. i nr 35, poz. 250 z 1968 r.)

Przepisy o ładowaniu wagonów towarowych. Załącznik II do Umowy o wzajemnym użytkowaniu wagonów towarowych w komunikacji międzynarodowej (RIV) (Dz. TiZK nr 15, poz. 11 z 1981 r.) wraz z późniejszymi zmianami

4. Symbol wg SWW

wsk. — 1331-21

5. Autor projektu normy — inż. Bożena Dudzik — Przedsiębiorstwo Przemysłowo-Handlowe „Polskie Odczynniki Chemiczne” — Gliwice.