

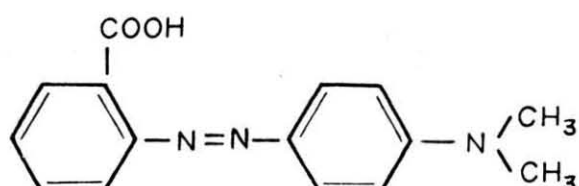
WYROBY PRZEMYSŁU CHEMICZNEGO	N O R M A B R A N Ż O W A	BN-87
	Wskaźniki i roztwory pomocnicze Czerwień metylowa	6197-01
		Zamiast BN-70/6197-01
		Grupa katalogowa 1053

1. WSTĘP

Przedmiotem normy jest czerwień metylowa stosowana jako wskaźnik w analizie chemicznej.

Czerwień metylowa ma:

- a) wzór sumaryczny $C_{15}H_{15}N_3O_2$
- b) wzór strukturalny



- c) masę molową 269,31 g/mol
- d) inne nazwy — kwas *p*-dwumetyloaminobenzeno-karboksylowy, kwas *N,N*-dwumetyloamino-azo-benzeno-*o*-karboksylowy.

2. OZNACZENIE

2.1. Gatunki. W normie ustala się jeden gatunek czerwieni metylowej, oznaczony: wsk — wskaźnik.

2.2. Przykład oznaczenia czerwieni metylowej:

CZERWIEŃ METYLOWA wsk BN-87/6197-01

3. WYMAGANIA

3.1. Wymagania ogólne. Czerwień metylowa powinna mieć postać fioletowo-czerwonego lub brązowoczerwonego proszku, dobrze rozpuszczalnego w alkoholu etylowym.

Temperatura topnienia mieści się w granicach $177 \div 180^\circ\text{C}$.

3.2. Wymagania fizyczne i chemiczne — wg tablicy.

Wymagania	Gatunek wsk
a) Rozpuszczalność w alkoholu etylowym	wg 5.3.3
b) Molowy współczynnik absorpcji <i>E</i> przy pH 6,2, przy max 430 nm, nie mniej niż	30 000
przy pH 4,4, przy max 520 nm nie mniej niż	15 000

cd. tablicy

Wymagania	Gatunek wsk
c) Zakres zmiany barwy z czerwonej na żółtopomarańczową w zakresie pH	$4,4 \div 6,2$
d) Jednorodność chromatograficzna	wg 5.3.6
e) Straty suszenia w temperaturze 105°C , $\%(m/m)$, nie więcej niż	5,0

4. PAKOWANIE, PRZECHOWYWANIE I TRANSPORT

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

4.2. Pakowanie

4.2.1. Opakowania jednostkowe stanowią słoje wykonane zgodnie z BN-84/6833-23 słoje typu POCH dla odczynników chemicznych z nakrętką z tworzywa sztucznego, z polietylenową lub inną chemicznie odporną podkładką.

Masa netto: 5, 10, 25, 50 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 podanych opakowań i ma wymiary zgodne z zasadami systemu wymiarowego opakowań.

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

Pojedyncze słoje w skrzynkach należy zabezpieczyć przed rozbiciem środkiem amortyzującym i układać w skrzynkach w 1 warstwie.

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

¹⁾ Patrz Informacje dodatkowe p. 3.

Zgłoszona przez Przedsiębiorstwo Przemysłowo-Handlowe Polskie Odczynniki Chemiczne
Ustanowiona przez Dyrektora Instytutu Chemii Przemysłowej dnia 19 października 1987 r.
jako norma obowiązująca od dnia 1 lipca 1988 r.
(Dz. Norm. i Miar nr 1/1988, poz. 2)

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, p. 2.4.3 i p. 2.4.4,
- b) liczbę warstw ładowania — 3 warstwy,
- c) liczbę warstw składowania — 4 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 powinien być wyższy niż 1,75 m.

4.4. Przechowywanie. Czerwień metylową należy przechowywać w magazynach suchych o zawartości wilgoci poniżej 50%, w temperaturze pokojowej.

4.5. Okres gwarancji czerwieni metylowej — 2 lata.

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

5. BADANIA

5.1. Rodzaje badań

- a) sprawdzenie wymagań ogólnych (3.1),
- b) badanie rozpuszczalności w alkoholu etylowym (3.2a),
- c) oznaczanie molowych współczynników absorpcji E (3.2b),
- d) badanie zmiany zabarwienia (3.2c),
- e) badanie jednorodności chromatograficznej (3.2d),
- f) oznaczanie strat suszenia w temperaturze 105°C (3.2e).

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

Ogólna masa średniej próbki laboratoryjnej powinna wynosić 20 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 metylowej sprawdzić wizualnie, rozpuszczalność w alkoholu etylowym sprawdzić wg 5.3.3, temperaturę topnienia oznaczyć zgodnie z PN-70/C-04956.

5.3.3. Badanie rozpuszczalności w alkoholu etylowym. 0,1 g czerwieni metylowej odważonej z dokładnością do 0,0002 g przenieść ilościowo alkoholem etylowym do kolby pomiarowej pojemności 100 ml, dopełnić do kreski i mieszać aż do całkowitego rozpuszczenia. Ba-

dana czerwień metylowa odpowiada wymaganiom normy, jeżeli roztwór jest klarowny bez części nierozpuszczalnych. Roztwór pozostawić do pozostałych oznaczeń wg 5.3.4 i 5.3.5.

5.3.4. Oznaczanie molowych współczynników absorpcji E

5.3.4.1. Odczynniki i roztwory. Roztwory buforowe pH 4,4 i 6,2 przygotowane wg PN-81/C-06504 p. 2.3.2.4; bufony pozostawić do oznaczeń wg 5.3.5.

5.3.4.2. Materiały pomocnicze

a) Spektrofotometr o zakresie promieniowania światła widzialnego.

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

5.3.4.3. Wykonanie oznaczania. Z roztworu przygotowanego w 5.3.3 pobrać 5 ml i przenieść do kolby pomiarowej pojemności 50 ml, dopełnić alkoholem etylowym do kreski i dobrze wymieszać. Przygotować dwie kolby pojemności 50 ml. Do pierwszej wprowadzić 0,5 ml rozcieńczonego roztworu czerwieni metylowej i dopełnić do kreski buforem o pH 4,4. Do drugiej kolby wprowadzić 1,0 ml rozcieńczonego roztworu czerwieni metylowej i dopełnić buforem o pH 6,2 do kreski. Zawartość obu kolb dobrze wymieszać.

Zmierzyć absorbancję obu roztworów względem użytych do ich rozcieńczenia buforów:

dla roztworu o pH 4,4 długość fal 510 ÷ 540 nm,
dla roztworu o pH 6,2 długość fal 420 ÷ 450 nm.

Odczytać maksymalne absorbancje A pH 4,4 i pH 6,2 i obliczyć molowe współczynniki absorpcji E pH 4,4 i E pH 6,2 według następujących wzorów:

$$E_{\text{pH } 4,4} = \frac{A_{\text{pH } 4,4}}{b \cdot c} = A_{\text{pH } 4,4} \cdot 3,7132 \cdot 10^{-6} \quad (1)$$

w którym:

$A_{\text{pH } 4,4}$ — maksymalna absorbancja roztworu o pH 4,4,

b — grubość warstwy mierzonej, równa 1 cm,

c — stężenie mierzonego roztworu wynoszące $1,856 \cdot 10^{-5}$ mol/l.

$$E_{\text{pH } 6,2} = \frac{A_{\text{pH } 6,2}}{b \cdot c} = A_{\text{pH } 6,2} \cdot 7,4263 \cdot 10^{-6} \quad (2)$$

w którym:

$A_{\text{pH } 6,2}$ — maksymalna absorbancja roztworu o pH 6,2,

b — grubość warstwy mierzonej, równa 1 cm,

c — stężenie mierzonego roztworu wynoszące $3,7132 \cdot 10^{-5}$ mol/l.

5.3.5. Badanie zakresu zmiany barwy

5.3.5.1. Odczynniki i roztwory. Roztwory buforowe o pH 4,4 i 6,2 przygotowane do oznaczeń wg 5.3.4.

5.3.5.2. Wykonanie oznaczania. Przygotować dwie, o jednakowej średnicy próbówki z bezbarwnego szkła. Do obu próbówek dać po 0,05 ml roztworu czerwieni metylowej, przygotowanego wg 5.3.3 i kolejno po 10 ml buforów.

¹⁾ Patrz Informacje dodatkowe p. 3.

Badana czerwien metylowa odpowiada wymaganiom normy, jeżeli roztwór czerwieni o pH 4,4 ma zabarwienie czerwone, a roztwór o pH 6,2 ma zabarwienie żółtopomarańczowe.

5.3.6. Badanie jednorodności chromatograficznej

5.3.6.1. Odczynniki i roztwory

- Alkohol etylowy 96%(m/m).
- Benzen.
- Woda odmineralizowana.
- Roztwór rozwijający przygotowany przez zmieszanie alkoholu etylowego, benzenu, wody w stosunku objętościowym 10 + 10 + 0,5.

5.3.6.2. Materiały pomocnicze

- Komora chromatograficzna wyłożona bibułą.
- Płytkę chromatograficzną szklaną pokrytą 0,25 mm warstwą żelu krzemionkowego GF₂₅₄ firmy Merck.
- Strzykawka lub mikropipeta pojemności 0,005 ml (5 µl).
- Lampa emitująca światło nadfioletowe w zakresie 254 ÷ 365 nm.

5.3.6.3. 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 startów.

Na zaznaczone punkty startu nanieść (5 µl) 0,005 ml roztworu czerwieni metylowej otrzymanego w 5.3.3. Odparować w temperaturze pokojowej rozpuszczalnik z naniesionej plamy i płytkę umieścić w komorze chromatograficznej, do której uprzednio wprowadzono roz-

twór rozwijający w takiej ilości, aby wstawiona 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, a następnie oglądać pod lampą nadfioletową.

Miękkim ołówkiem zaznaczyć kontury widocznych na chromatogramie plam, wyznaczyć środki plam i obliczyć współczynniki (R_F) wg wzoru

$$R_F = \frac{X_p}{X_R} \quad (3)$$

w którym:

X_p — odległość środka plamy od punktu startu 1 cm.

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

Badana czerwien metylowa odpowiada wymaganiom normy, jeżeli na chromatogramie wystąpi tylko jedna plama koloru czerwonego o $R_F = 0,71 \pm 0,05$.

5.3.7. Oznaczanie strat suszenia. Do wysuszonego do stałej masy i zważonego z dokładnością do 0,0002 g naczynka wagowego odważyć około 1 g czerwieni metylowej z dokładnością do 0,0002 g i wstawić do suszarki o temperaturze 105°C i suszyć do stałej masy.

Straty suszenia (X) obliczyć w %(m/m) wg wzoru

$$X = \frac{m_2}{m_1} \cdot 100 \quad (4)$$

w którym:

m_2 — masa wysuszonej czerwieni metylowej, g,

m_1 — masa odważki czerwieni metylowej, g.

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-70/6197-01

- wprowadzono oznaczanie molowych współczynników absorpcji,
- wprowadzono badanie jednorodności chromatograficznej,
- zmieniono sposób badania rozpuszczalności w alkoholu etylowym,
- nie podano oznaczania pozostałości po prażeniu.

3. Normy i dokumenty związane

PN-70/C-04956 Odczynniki. Oznaczanie temperatury topnienia

PN-81/C-06504 Analiza chemiczna. Przygotowanie roztworów buforowych

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-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

PN-87/C-80001 Odczynniki i substancje specjalnie czyste. Pakowanie, przechowywanie i transport

PN-70/C-80047 Odczynniki. Wytyczne pobierania próbek i przygotowania średniej próbki laboratoryjnej

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

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 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.)

Przepisy o ładowaniu wagonów towarowych. Załącznik II do Umowy o wzajemnym użytkowaniu wagonów towarowych w komunikacji międzynarodowej (RIV) (Dz. TiZK nr 15 poz. 119 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.