

WYROBY PRZEMYSŁU CHEMICZNEGO	N O R M A B R A N Ż O W A	BN-88
	Wskaźniki	6197-08
	Błękit bromofenolowy	Grupa katalogowa 1053

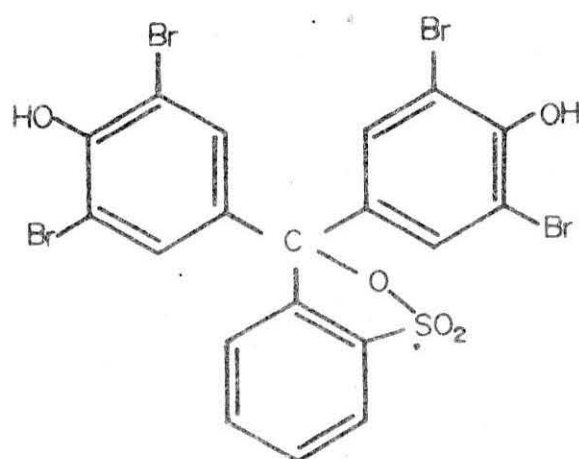
1. WSTĘP

Przedmiotem normy jest błękit bromofenolowy stosowany jako wskaźnik w analizie chemicznej.

Błękit bromofenolowy ma:

a) wzór sumaryczny: $C_{19}H_{10}O_5Br_4S$,

b) wzór strukturalny:



c) masę molową: 670,0 g/mol,

d) nazwa systematyczna: czterobromofenolosulfoftaleina.

2. PODZIAŁ I OZNACZENIE

2.1. **Gatunki.** Norma ustala dwa gatunki błękitu bromofenolowego oznaczone:

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

2.2. **Przykład oznaczenia** błękitu bromofenolowego czystego do analizy wskaźnika:

BŁĘKIT BROMOFENOLOWY cz.d.a. wsk. — BN-88/6197-08

3. WYMAGANIA

3.1. **Wymagania ogólne.** Błękit bromofenolowy powinien mieć postać pomarańczowego lub różowożółtego krystalicznego proszku. Jest trudno rozpuszczalny w wodzie i eterze, dobrze rozpuszczalny w alkoholu etylowym i w rozcieńczonych roztworach wodnych wodorotlenku potasu.

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

Tablica 1

Wymagania	cz.d.a. wsk.	wsk.
a) Rozpuszczalność w alkoholu etylowym, 96%(V/V)	całkowita	całkowita
b) Straty przy suszeniu, % (m/m), nie więcej niż	1,0	2,0
c) Molowy współczynnik absorpcji E przy pH 3,0, nie mniej niż	28 000	23 000
d) Jednorodność chromatograficzna	wg 5.3.6	wg 5.3.6
e) Czułość na zmianę pH	wg 5.3.7	wg 5.3.7

4. PAKOWANIE, PRZECHOWYWANIE I TRANSPORT

4.1. **Wytyczne ogólne.** Błękit bromofenolowy należy pakować, znakować, 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 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: 5 g, 10 g, 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 podanych opakowań i ma wymiary zgodne z zasadami systemu wymiarowego opakowań wg PN-78/O-79021.

4.2.2. **Opakowania transportowe** stanowią skrzynki drewniane zamknięte 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 uszkodzeniami środkiem amortyzującym i układać

¹⁾ Patrz Informacje dodatkowe p. 3.

Zgłoszona przez Przedsiębiorstwo Przemysłowo-Handlowe Polskie Odczynniki Chemiczne w Gliwicach
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 13/1988, poz. 31)

w 1 warstwie. W uzgodnieniu z producentem, przewoźnikiem i odbiorcą dopuszcza się inny rodzaj i wielkość opakowania, jeżeli przeprowadzone próby wykazą, że zabezpiecza ono produkt w sposób nie gorszy od ww. opakowań 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, p. 2.4.3, p. 2.4.4,
- b) liczbę warstw ładowania — 2,
- c) liczbę warstw składowania — 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 powinien być zabezpieczony przed przesunięciem się i deformacją tak, aby tworzył z paletą zwartą, stabilną jednostkę ładunkową i nie był wyższy niż 1,75 m.

4.4. Przechowywanie. Błękit bromofenolowy należy przechowywać zgodnie z PN-87/C-80001 w pomieszczeniach suchych, o zawartości wilgoci poniżej 50%, przewiewnych w temperaturze od 15 ÷ 30°C. Przechowywać w 3 warstwach.

4.5. Okres gwarancji. Ustala się okres gwarancji błękitu bromofenolowego — 12 miesięcy.

4.6. Transport. Błękit bromofenolowy nie jest materiałem niebezpiecznym wg RID/ADR, opakowany wg 4.2 może być transportowany dowolnym krytym środkiem transportu zgodnie z obowiązującymi przepisami kolejowymi i samochodowymi¹⁾.

Do środka transportowego ładować w 2 warstwach.

5. BADANIA

5.1. Rodzaje badań

- a) sprawdzanie wymagań ogólnych (3.1),
- b) badanie rozpuszczalności w alkoholu etylowym (3.2a),
- c) oznaczanie strat przy suszeniu (3.2b),
- d) oznaczanie molowych współczynników absorpcji (3.2c),
- e) badanie jednorodności chromatograficznej (3.2d),
- f) badanie czułości na zmianę pH (3.2e).

5.2. Pobieranie próbek. Próbki 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 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 należy sprawdzić wizualnie, rozpuszczalność w alkoholu etylowym wg 5.3.3.

5.3.3. Oznaczanie rozpuszczalności w alkoholu etylowym. 0,25 g badanego błękitu bromofenolowego, odważonego z dokładnością do 0,0002 g przenieść ilościowo do kolby pomiarowej pojemności 50 ml rozpuścić w alkoholu etylowym 96%(m/m) i uzupełnić alkoholem do kreski. Badany błękit bromofenolowy odpowiada wymaganiom normy, jeżeli otrzymany roztwór będzie klarowny i nie będzie zawierał części nierozpuszczalnych. Roztwór pozostawić do dalszych oznaczeń wg 5.3.5 i 5.3.6 i 5.3.7.

5.3.4. Oznaczanie strat przy suszeniu. Około 1 g badanego błękitu bromofenolowego 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 ÷ 110°C do stałej masy i zważyć. Straty przy suszeniu (X_1) obliczyć w %(m/m) wg wzoru

$$X_1 = \frac{m - m_1}{m} \cdot 100 \quad (1)$$

w którym:

- m_1 — masa wysuszonego błękitu bromofenolowego, g,
- m — masa odważki badanego błękitu bromofenolowego, g.

5.3.5. Oznaczanie molowego współczynnika absorpcji $E_{pH\ 3,0}$ i $E_{pH\ 4,6}$

5.3.5.1. Aparatura i przyrządy

- a) Spektrofotometr o zakresie promieniowania światła widzialnego.
- b) Kuwety szklane o grubości warstwy 0,5 cm.

5.3.5.2. Odczynniki i roztwory

- a) Alkohol etylowy 96%(V/V).
- b) Roztwór buforowy octanowy o pH 3,0, przygotowany wg PN-81/C-06504 p. 2.3.2.5.
- c) Roztwór buforowy octanowy o pH 4,6 przygotowany wg PN-81/C-06504 p. 2.3.2.5.

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. 0,25 ml roztworu błękitu bromofenolowego wg 5.3.3 odmierzyć do kolby pomiarowej pojemności 50 ml, dopełnić do kreski roztworem buforowym o pH 3,0 i dokładnie wymieszać. Do drugiej kolby pomiarowej pojemności 50 ml odmierzyć 0,10 ml roztworu badanego błękitu bromofenolowego wg 5.3.3 i dopełnić do kreski roztworem buforowym o pH 4,6, dokładnie wymieszać. Wykonać pomiar absorbancji przygotowanych roztworów, w kuwetach o grubości warstwy 0,5 cm, w zakresie długości fal: 420 ÷ 460 nm dla roztworu o pH 3,0 i 580 ÷ 600 nm — dla roztworu o pH 4,6.

Jako odnośniki stosować odpowiednie roztwory buforowe. Odczytać maksymalną absorbancję roztworów

¹⁾ Patrz Informacje dodatkowe.

w podanych zakresach długości fal i obliczyć molowe współczynniki absorpcji wg podanych wzorów:

$$E_{pH\ 3,0} = \frac{Ax}{b \cdot c_x} = \frac{Ax}{1,8655} \cdot 10^5 \quad (2)$$

$$E_{pH\ 4,6} = \frac{Ay}{b \cdot c_y} = \frac{Ay}{0,74625} \cdot 10^5 \quad (3)$$

w których:

Ax — maksymalna absorbancja badanej próbki odczytana w zakresie długości fal $420 \div 460$ nm dla roztworu o pH 3,0,

Ay — maksymalna absorbancja badanej próbki odczytana w zakresie długości fal 580×600 nm dla roztworu o pH 4,6,

b — grubość warstwy — 0,5 cm,

c_x — $3,7311 \cdot 10^{-5}$ mol/l — stężenie molowe badanego roztworu błękitu bromofenolowego o pH 3,0,

c_y — $1,4925 \cdot 10^{-5}$ mol/l — stężenie molowe badanego roztworu błękitu bromofenolowego o pH 4,6.

5.3.6. Badanie jednorodności chromatograficznej

5.3.6.1. Aparatura i przyrządy

a) Komora chromatograficzna wyłożona bibułą.

b) Płyta chromatograficzna szklana pokryta 0,25 mm warstwą żelu krzemionkowego Kieselgel 60 produkcji firmy Merck, wysuszona uprzednio w temperaturze pokojowej przez 24 h.

c) Strzykawka lub mikropipeta pojemności 0,005 mol (5 μ l).

5.3.6.2. Odczynniki i roztwory

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

b) *n*-Butanol.

c) Kwas octowy.

d) Roztwór rozwijający przygotowany przez zmieszanie alkoholu etylowego, alkoholu *n*-butylowego, kwasu octowego i wody w stosunku objętościowym $10 + 30 + 1 + 15$. Roztwór rozwijający powinien być przygotowany na 24 h przed wprowadzeniem do komory chromatograficznej i nie powinien być przechowywany dłużej niż 20 dni.

5.3.6.3. Wykonanie oznaczania. Na płytce chromatograficznej zaznaczyć punkty startu w odległości 1,5 cm od dolnego brzegu płytki oraz długość drogi roztworu rozwijającego w odległości 10 cm od punktu startu próbki. Na oznaczony punkt startowy nanieść 0,005 ml (5 μ l) roztworu badanego błękitu bromofenolowego wg 5.3.3 i odparować rozpuszczalnik z naniesionej plamy badanego roztworu w temperaturze pokojowej.

Tak przygotowaną płytkę umieścić w komorze chromatograficznej, do której uprzednio wprowadzono roztwór rozwijający wg 5.3.6.2 w takiej ilości, aby wstawiona płytka zanurzona była na 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 i obliczyć współczynnik R_f wg wzoru

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

w którym:

X_p — odległość środka plamy badanego błękitu bromofenolowego od punktu startu, cm,

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

Badany błękit bromofenolowy odpowiada wymaganiom normy dla gat. cz.d.a. wsk., jeżeli na chromatogramie występuje jedna plama koloru fioletowo-niebieskiego o $R_f = 0,52 \pm 0,05$ i jedna plama dodatkowa koloru jasnoliliowego o $R_f = 0,56 \pm 0,05$. Dla gatunku wsk. dopuszcza się wystąpienie dodatkowo jednej plamy zanieczyszczenia.

5.3.7. Oznaczanie czułości na zmianę pH. 0,25 ml roztworu badanego błękitu bromofenolowego, przygotowanego wg 5.3.3, dodać do 100 ml uprzednio przygotowanej i wystudzonej wody.

Do otrzymanego niebieskiego roztworu dodać 0,15 ml roztworu kwasu solnego o $c(\text{HCl}) = 0,1$ mol/l. Badany błękit bromofenolowy odpowiada wymaganiom normy, jeżeli roztwór zabarwi się na kolor zielonkawożółty.

K O N I E C

INFORMACJE DODATKOWE

1. Instytucja opracowująca normę — Przedsiębiorstwo Przemysłowo-Handlowe Polskie Odczynniki Chemiczne, Gliwice.

2. Dotychczasowe normy. Niniejsza norma zastępuje ZN-60/MPCh/N-925, w stosunku do której wprowadzono następujące zmiany:

a) wprowadzono oznaczania molowego współczynnika absorpcji błękitu bromofenolowego,

b) wprowadzono oznaczania jednorodności chromatograficznej metodą chromatografii cienkowarstwowej (TLC).

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-78/O-79021 Opakowania. System wymiarowy

PN-76/O-79251 Opakowania jednostkowe 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 przygotowanie 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-85/O-79252 Opakowania transportowe z zawartością. Znaki i znakowanie. Wymagania podstawowe

PN-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 PPKP 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. 119 z 1981 r.) wraz z późniejszymi zmianami

4. Symbol wg SWW

cz.d.a. — wsk. — 1331-21,

wsk. — 1331-21.

5. Autor Projektu normy — mgr inż. Małgorzata Witecka-Grabowa PPH POCh, Gliwice.