

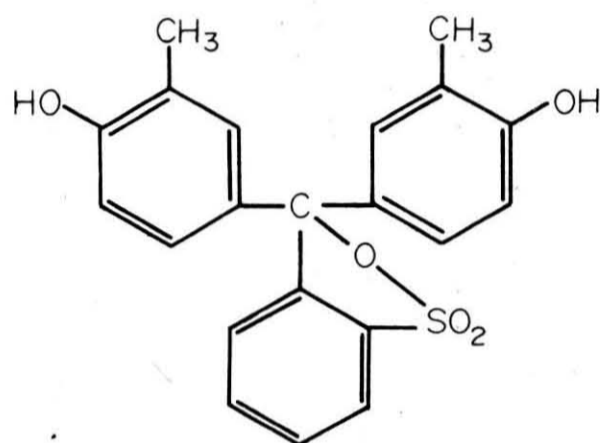
WYROBY PRZEMYSŁU CHEMICZNEGO	N O R M A   B R A N Ż O W A	<b>BN-88</b>
	Wskaźniki <b>Czerwień krezolowa</b>	<b>6197-03</b>
		Zamiast BN-75/6197-03
		Grupa katalogowa 1053

## 1. WSTĘP

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

Czerwień krezolowa ma:

- a) wzór sumaryczny:  $C_{21}H_{18}O_5S$   
b) wzór strukturalny



- c) masę cząsteczkową: 382,44 g/mol,  
d) inne nazwy: *o*-krezolosulfoftaleina.

## 2. PODZIAŁ I OZNACZENIE

**2.1. Gatunki.** W normie ustalono dwa gatunki czerwieni krezolowej oznaczone:

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

**2.2. Przykład oznaczenia** czerwieni krezolowej czystej do analizy wskaźnika:

CZERWIEŃ KREZOLOWA cz.d.a. wsk. BN-88/6197-03

## 3. WYMAGANIA

**3.1. Wymagania ogólne.** Czerwień krezolowa powinna mieć postać czerwonobrazowego lub ciemnoczerwonego proszku dobrze rozpuszczalnego w alkoholu i w rozcieńczonych wodnych roztworach wodorotlenków potasowego i sodowego oraz trudno rozpuszczalnego w wodzie.

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

Tablica 1

Wymagania	Gatunek	
	cz.d.a. wsk.	wsk.
a) Rozpuszczalność w alkoholu etylowym 96%(V/V)	wg p. 5.3.3	wg p. 5.3.3
b) Straty przy suszeniu, %(m/m), nie więcej niż	1,5	2
c) Molowy współczynnik absorpcji: E <sub>435</sub> przy pH 5,0, nie mniej niż E <sub>575</sub> przy pH 9,2, nie mniej niż	20000 50000	18500 45500
d) Stała dysocjacji jako pK w temperaturze 20 ±1°C, w granicach	7,75÷8,10	7,75÷8,10
e) Jednorodność chromatograficzna	wg p. 5.3.7	wg p. 5.3.7

## 4. PAKOWANIE, PRZECHOWYWANIE I TRANSPORT

**4.1. Wytyczne ogólne.** Czerwień krezolową 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, z nakrętką 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 niż podane opakowania i ma wymiary zgodne z zasadami systemu wymiarowego opakowań wg PN-78/O-79021.

**4.2.2. Opakowanie 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 1, odmiany 2.

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

Dopuszcza się inne opakowanie transportowe uzgodnione z odbiorcą i przewoźnikiem, jeżeli przeprowadzone próby wykażą, że zabezpiecza ono produkt w sposób nie gorszy niż ww. opakowania i ma wymiary zgodne z PN-78/O-79021.

Zgłoszona przez PPH POLSKIE ODCZYNNIKI CHEMICZNE  
Ustanowiona przez Dyrektora Instytutu Chemii Przemysłowej dnia 17 sierpnia 1988 r.  
jako norma obowiązująca od dnia 1 maja 1989 r.  
(Dz. Norm. i Miar nr 13/1988, poz. 31)

**4.2.3. Znakowanie opakowań jednostkowych** należy wykonać zgodnie z PN-87/C-80001 p. 2.8.3.

**4.2.4. Znakowanie opakowań transportowych** należy wykonać zgodnie z PN-87/C-80001 p. 2.8.4, 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 składowania,
- c) liczbę warstw ładowania.

**4.3. Formowanie jednostek ładunkowych.** W przypadku stosowania paletyzacji, opakowania należy formować na paletach o wymiarach 800×1200 mm wg PN-81/M-78216. Ładunek na palecie powinien być zabezpieczony przed przesuwaniem 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 krezolową należy przechowywać zgodnie z PN-87/C-80001 p. 3.1 w pomieszczeniach suchych, o zawartości wilgoci poniżej 50%, przewiewnych, w temperaturze 15 ÷ 30°C, w dobrze wietrzonych pomieszczeniach.

Liczba warstw przechowywania:

- dla skrzynek drewnianych — 4 warstwy,
- dla palet skrzynkowych — 3 warstwy.

**4.5. Okres gwarancji.** Ustala się okres gwarancji czerwieni krezolowej na 2 lata.

**4.6. Transport.** Czerwień krezolowa nie jest materiałem niebezpiecznym, nie podlega przepisom RID/ADR, może być transportowana dowolnym, krytym środkiem transportu zgodnie z obowiązującymi przepisami kolejowymi i samochodowymi<sup>1)</sup>.

Do środka transportowego opakowania należy wkładać: skrzynki drewniane w 3 warstwach; w przypadku palet drewnianych w 2 warstwach.

## 5. BADANIA

### 5.1. Rodzaje badań

- a) sprawdzenie wymagań ogólnych (3.1),
- b) oznaczanie rozpuszczalności w alkoholu etylowym (3.2a),
- c) oznaczanie strat przy suszeniu (3.2b),
- d) oznaczanie molowego współczynnika absorpcji (3.2c),
- e) oznaczanie stałej dysocjacji pK (3.2d),
- f) badanie jednorodności chromatograficznej metodą chromatografii cienkowarstwowej (3.2f).

**5.2. Pobieranie próbek.** Próbkę należy pobierać zgodnie z PN-88/C-80047. Wielkość średniej próbki analitycznej powinna wynosić 5 g.

### 5.3. Opis badań

**5.3.1. Wytyczne ogólne.** Podczas analizy, jeżeli nie zaznaczono inaczej, należy stosować wyłącznie odczynnik cz.d.a. oraz wodę destylowaną lub wodę o równoważnej czystości.

**5.3.2. Sprawdzenie wymagań ogólnych.** Wygląd zewnętrzny czerwieni krezolowej sprawdzić wizualnie, rozpuszczalność w alkoholu etylowym wg 5.3.3.

**5.3.3. Oznaczanie rozpuszczalności w alkoholu etylowym.** 0,10 g badanej czerwieni *o*-krezolowej odważonej z dokładnością do 0,01 g, rozpuścić w 50 ml alkoholu etylowego 96%(V/V), lekko ogrzewać do temperatury 60°C na łaźni wodnej i uzupełnić alkoholem etylowym do 100 ml.

Badana czerwień *o*-krezolowa odpowiada wymaganiom normy, jeżeli po ogrzaniu i uzupełnieniu objętości ulegnie całkowitemu rozpuszczeniu, a roztwór będzie klarowny i nie będzie zawierał nierozpuszczonych części.

**5.3.4. Oznaczanie strat przy suszeniu.** Około 1 g badanej czerwieni krezolowej 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

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

w którym:

- m*<sub>1</sub> — masa wysuszonej czerwieni krezolowej, g,
- m* — masa odważki badanej czerwieni krezolowej, g.

### 5.3.5. Oznaczanie stałej dysocjacji jako pK

#### 5.3.5.1. Aparatura i przyrządy

- a) Spektrofotometr o zakresie promieniowania światła widzialnego.
- b) Kuwety szklane o grubości warstwy mierzonej 1 cm.

#### 5.3.5.2. Odczynniki i roztwory

- a) Alkohol etylowy — 96%(V/V).
- b) Roztwór buforowy o pH = 5,0 przygotowany z roztworu kwasu octowego o  $c(\text{CH}_3\text{COOH}) = 0,2 \text{ mol/l}$  i octanu sodu o  $c(\text{CH}_3\text{COONa} \cdot 3\text{H}_2\text{O}) = 0,2 \text{ mol/l}$  zgodnie z PN-81/C-06504 p. 2.3.2.5.
- c) Roztwór buforowy o pH 8,0 przygotowany z roztworu boraksu o  $c(\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O}) = 0,05 \text{ mol/l}$  i roztworu kwasu solnego o  $c(\text{HCl}) = 0,1 \text{ mol/l}$  zgodnie z PN-81/C-06504 p. 2.3.2.8.
- d) Roztwór buforowy o pH 9,2 przygotowany z roztworu boraku o  $c(\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O}) = 0,05 \text{ mol/l}$  i roztworu kwasu solnego o  $c(\text{HCl}) = 0,1 \text{ mol/l}$  zgodnie z PN-81/C-06504 p. 2.3.2.8.

Roztwory buforowe należy sprawdzić na pehametrze z dokładnością odczytu 0,05 pH i w miarę potrzeby uzupełnić jednym ze składników danego roztworu. Dopuszcza się tolerancję ±0,05 pH od wartości nominalnej sporządzonych roztworów buforowych.

**5.3.5.3. Wykonanie oznaczania.** 0,02 g badanej czerwieni krezolowej odważonej z dokładnością do 0,0002 g rozpuścić w 50 ml alkoholu wg 5.3.5.2a) i dobrze wymieszać do całkowitego rozpuszczenia. Jest to roztwór podstawowy, którego część zachować do oznaczania wg 5.3.7.3.

W trzech kolbach pomiarowych pojemności 50 ml umieścić po 1 ml roztworu czerwieni krezolowej i każdą z trzech kolb dopełnić kolejno roztworami buforowymi o pH 5,0; 8,0; 9,2. Starannie wymieszać i zmie-

<sup>1)</sup> Patrz Informacje dodatkowe p. 3.

rzyć absorbancję dla każdego z roztworów w zakresie 380 ÷ 660 nm w stosunku do odnośnego roztworu buforowego.

Obliczyć  $pK_{435}$  dla maksymalnych wielkości absorbancji zmierzonych w zakresie 430 ÷ 440 nm oraz  $pK_{575}$  dla maksymalnych wielkości absorbancji zmierzonych w zakresie 570 ÷ 580 nm wg następujących wzorów

$$pK_{435} = 8,0 - 1 \text{ g} \frac{(A_x 5,0 - A_x 8,0)}{(A_x 8,0 - A_x 9,2)} \quad (2)$$

$$pK_{575} = 8,0 - 1 \text{ g} \frac{(A_y 5,0 - A_y 8,0)}{(A_y 8,0 - A_y 9,2)} \quad (3)$$

w których:

$A_x 5,0, A_x 8,0, A_x 9,2$  — maksymalne wielkości absorbancji badanej próbki zmierzone w zakresie 430 ÷ 440 nm w roztworach buforowych o kolejnych pH 5,0; 8,0; 9,2,

$A_y 5,0, A_y 8,0, A_y 9,2$  — maksymalne wielkości absorbancji badanej próbki zmierzone w zakresie 570 ÷ 580 nm w roztworach buforowych o kolejnych pH 5,0; 8,0; 9,2.

Na podstawie otrzymanych wyników obliczyć  $pK_{sr}$  wg wzoru

$$pK_{sr} = \frac{pK_{435} + pK_{575}}{2} \quad (4)$$

### 5.3.6. Oznaczanie molowego współczynnika absorpcji.

Z wykonanych pomiarów absorbancji dla badanej czerwieni krezolowej wg 5.3.5.3 obliczyć molowe współczynniki absorpcji wg następujących wzorów

$$E_{435} = \frac{A_x 5,0 \times 10^5}{2,092} \quad (5)$$

$$E_{575} = \frac{A_y 9,2 \times 10^5}{2,092} \quad (6)$$

w których:

$A_x 5,0$  i  $A_y 9,2$  — oznaczanie jak w 5.3.5.3,  
 $10^5$  — przelicznik wynikający z zastosowanego stężenia,  
 2,092 — grubości kuwety.

### 5.3.7. Badanie jednorodności chromatograficznej metodą chromatografii cienkowarstwowej

#### 5.3.7.1. Aparatura i przyrządy

- Komora chromatograficzna wyłożona bibułą.
- Płytkę chromatograficzną o wymiarach 25 × 5 mm, pokryta 0,25 mm warstwą żelu krzemionkowego Kieselgel GF<sub>254</sub> produkcji firmy Merck.
- Strzykawka lub mikropipeta pojemności 5 μl (0,005 ml).

#### 5.3.7.2. Odczynniki i roztwory

- Alkohol etylowy 96%(V/V).
- n*-Butanol.
- Kwas octowy.
- Roztwór rozwijający o składzie (alkohol etylowy + *n*-butanol + kwas octowy + woda = 20 + 60 + 2 + 30)% (V/V).

Roztwór rozwijający powinien być przygotowany co najmniej 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 punkt startu w odległości 2 cm od dolnego brzegu płytki, oraz długość drogi roztworu rozwijającego w odległości 10 ÷ 12 cm od punktu startu.

Na zaznaczony punkt startu nanieść 5 μl roztworu czerwieni krezolowej sporządzonego wg 5.3.5.3. Odparować rozpuszczalnik z naniesionej plamy w temperaturze pokojowej i płytkę umieścić w komorze chromatograficznej wypełnionej roztworem rozwijającym wg 5.3.7.2d).

Ilość roztworu rozwijającego powinna być tak dobrana, aby umieszczona w niej płytka była zanurzona do wysokości 1 cm. Chromatogram rozwijać tak długo, aż czoło roztworu rozwijającego osiągnie oznaczoną długość drogi.

Płytkę wyjąć, wysuszyć w temperaturze pokojowej i zaznaczyć środek plamy. Współczynnik  $R_F$  obliczyć wg wzoru

$$R_F = \frac{X_p}{X_R} \quad (7)$$

w którym:

- $X_p$  — odległość środka plamy badanej czerwieni krezolowej od punktu startu, cm,  
 $X_R$  — odległość czoła roztworu rozwijającego od punktu startu, cm.

Badana czerwień krezolowa odpowiada wymaganiom normy, jeżeli na chromatogramie wystąpi tylko jedna zwarta plama koloru żółtego o współczynniku  $R_F = 0,53 \pm 0,05$ . Dla gatunku wskaźnik dopuszczalne jest wystąpienie dodatkowo jednej plamy zanieczyszczeń.

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-75/6197-03

- wprowadzono gatunek cz.d.a. wsk,
- wprowadzono oznaczanie stałej dysocjacji jako  $pK$ ,

- wprowadzono oznaczanie molowego współczynnika absorpcji,
- wprowadzono badanie jednorodności chromatograficznej metodą chromatografii cienkowarstwowej.

#### 3. Normy i dokumenty związane

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

- PN-87/C-80001 Odczynniki i substancje specjalnie czyste. Pakowanie, przechowywanie i transport
- 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
- 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-88/C-80047 Odczynniki. Wytyczne ogólne pobierania próbek i przygotowanie średniej próbki laboratoryjnej
- Ustawa z dnia 15 listopada 1984 r. Prawo Przewozowe. (Dz. U. nr 53, poz. 272 z 1984 r.)
- Przepisy o ładowaniu i wyładowaniu 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).
- Regulamin Przedsiębiorstwa PKP o ładowaniu i zabezpieczeniu 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.)
- 4. Symbol wg SWW — 1331-21.**
- 5. Autor projektu normy — mgr inż. Małgorzata Witecka-Grabowa, PPH POLSKIE ODCZYNNIKI CHEMICZNE, Gliwice.**