

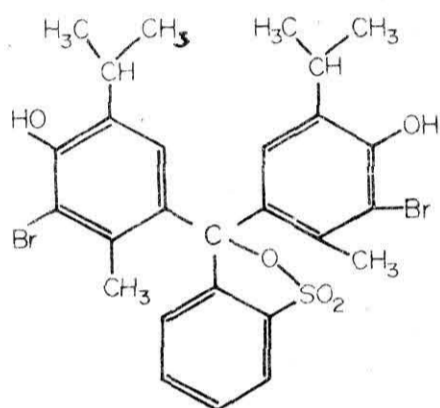
|                                    |  |                          |
|------------------------------------|--|--------------------------|
| WYROBY<br>PRZEMYSŁU<br>CHEMICZNEGO | N O R M A   B R A N Ż O W A              | <b>BN-88</b>             |
|                                    | Wskaźniki<br><b>Błękit bromotymolowy</b> | <b>6197-05</b>           |
|                                    |  | Zamiast<br>BN-75/6197-05 |
|                                    |  | Grupa katalogowa 1053    |

## 1. WSTĘP

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

Błękit bromotymolowy ma:

- wzór sumaryczny  $C_{27}H_{28}O_5Br_2S$ ,
- wzór strukturalny



- masę molową: 624,39 g/mol,
- nazwę systematyczną: dwubromotymolsulfoftaleina.

## 2. PODZIAŁ I OZNACZENIE

**2.1. Gatunki.** W normie ustala się dwa gatunki błękitu bromotymolowego oznaczone:

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

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

BŁĘKIT BROMOTYMOLOWY cz.d.a. wsk. BN-88/6197-05

## 3. WYMAGANIA

**3.1. Wymagania ogólne.** Błękit bromotymolowy powinien mieć postać od różowego z odcieniem fioletowym do fioletowego drobnokrystalicznego proszku, nierozpuszczalnego w wodzie, dobrze rozpuszczalnego w alkoholu etylowym w rozcieńczonych roztworach wodorotlenków potasowców i wodnym roztworze amoniaku.

**3.2. Wymagania chemiczne i fizyczne** — wg tablicy.

| 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          | 1,4       |
| c) Molowy współczynnik absorpcji <i>E</i>       |              |           |
| — przy pH 6,0 nie mniej niż                     | 16 000       | 13 000    |
| — przy pH 7,5 nie mniej niż                     | 35 000       | 30 000    |
| 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 bromotymolowy należy pakować, przechowywać i transportować zgodnie z PN-87/C-80001 oraz zgodnie z obowiązującymi przepisami transportowymi<sup>1)</sup>.

### 4.2. Pakowanie

**4.2.1. Opakowanie 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 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. 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 3 i odmiany 1.

Pojedyncze słoje w skrzynkach należy zabezpieczać

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

Zgłoszona przez Dyrektora Przedsiębiorstwa Przemysłowo-Handlowego — Polskie Odczynniki Chemiczne  
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)

przed uszkodzeniem środkiem amortyzującym i układać w I 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 niż podane opakowania 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, 2.4.3 i 2.4.4,

b) liczbę warstw ładowania — 2 warstwy,

c) liczbę warstw składowania — 3 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 należy zabezpieczyć przed przesuwaniem się i deformacją, tak aby tworzył wraz z paletą zwartą i stabilną jednostkę ładunkową i nie był wyższy niż 1,75 m.

**4.4. Przechowywanie.** Błękit bromotymolowy należy przechowywać zgodnie z PN-87/C-80001 w pomieszczeniach suchych, o zawartości wilgoci poniżej 50%, przewiewnych, o temperaturze od 15 do 30°C.

Przechowywać w 3 warstwach.

**4.5. Okres gwarancji.** Ustala się okres gwarancji błękitu bromotymolowego na 2 lata.

**4.6. Transport.** Błękit bromotymolowy nie jest materiałem niebezpiecznym wg RID/ADR. Opakowany wg 4.2 może być transportowany dowolnym krytym środkiem transportu, zgodnie z obowiązującymi przepisami kolejowymi i samochodowymi<sup>1)</sup>.

Do środka transportu ładować w 2 warstwach.

## 5. BADANIA

### 5.1. Rodzaje badań

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

**5.2. Pobieranie próbek.** Próbki należy pobrać zgodnie z PN-70/C-80047. Ogólna masa średniej próbki laboratoryjnej powinna być nie mniejsza niż 5 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, a rozpuszczalność w alkoholu — wg 5.3.3.

**5.3.3. Oznaczanie rozpuszczalności w alkoholu etylowym.** 0,10 g badanego błękitu bromotymolowego, odważonego z dokładnością do 0,0002 g, przenieść ilościowo do kolby pomiarowej pojemności 100 ml, rozpuścić w 96%(V/V) alkoholu etylowego, napęlnić do kreski i dokładnie wymieszać.

Badany błękit bromotymolowy odpowiada wymaganiom normy, jeżeli otrzymany roztwór będzie klarowny i nie będzie zawierał części nierozpuszczalnych.

Roztwór pozostawić do oznaczania wg 5.3.5, 5.3.6 i 5.3.7.

**5.3.4. Oznaczanie strat przy suszeniu.** Około 1 g badanego błękitu bromotymolowego, 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 bromotymolowego, g,

$m$  — masa odważki badanego błękitu bromotymolowego, g.

### 5.3.5. Oznaczanie molowego współczynnika absorpcji $E_{pH\ 6,0}$ i $E_{pH\ 7,5}$

#### 5.3.5.1. Aparatura i przyrządy

a) Spektrofotometr w zakresie promieniowania światła widzialnego.

b) Kuwety szklane o grubości warstwy = 1 cm.

#### 5.3.5.2. Odczynniki i roztwory

a) Roztwór buforowy fosforanowo-boraksowy o pH 6,0, przygotowany wg PN-81/C-06504 p. 2.3.2.7.

b) Roztwór buforowy fosforanowo-boraksowy o pH 7,5, przygotowany wg PN-81/C-06504 p. 2.3.2.7.

Zmierzyć wartość pH na pehametrze. Dopuszcza się tolerancję  $\pm 0,05$ .

Jeżeli wartości odbiegają od normy należy doprowadzić pH do właściwej wartości, dodając jednego ze składników buforu.

**5.3.5.3. Wykonanie oznaczania.** 0,5 ml roztworu błękitu bromotymolowego (wg 5.3.3) odmierzyć do kolby pomiarowej pojemności 50 ml, dopełnić do kreski roztworem buforowym o pH 6,0 i dokładnie wymieszać.

Do drugiej kolby pomiarowej pojemności 50 ml odmierzyć 0,5 ml roztworu badanego błękitu bromotymolowego wg 5.3.3, dopełnić do kreski roztworem o pH 7,5 i dokładnie wymieszać.

Wykonać pomiar absorbancji przygotowanych roztworów w kuwetach o grubości warstwy 1 cm w zakresie długości fali 405 ÷ 445 nm dla roztworu o pH 6,0 oraz 600 ÷ 640 nm dla roztworu o pH 7,5.

Jako odnośniki stosować odpowiednie roztwory buforowe.

Odczytać maksymalną absorbancję roztworów w podanych zakresach długości fal i obliczyć molowe współczynniki absorpcji wg wzorów

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

$$E_{pH\ 6,0} = \frac{Ax}{b \cdot c} = \frac{Ax}{1,6015} \cdot 10^5 \quad (2)$$

$$E_{pH\ 7,5} = \frac{Ay}{b \cdot c} = \frac{Ay}{1,6015} \cdot 10^5 \quad (3)$$

w których:

$A_x$  — maksymalna absorbancja badanej próbki odczytana w zakresie długości fal  $405 \div 445$  nm dla roztworu o pH 6,0,

$A_y$  — maksymalna absorbancja badanej próbki odczytana w zakresie długości fal  $= 600 \div 640$  nm dla roztworu o pH 7,5,

$b$  — grubość warstwy = 1 cm,

$c$  — stężenie molowe badanego roztworu błękitu bromotymolowego =  $1,6015 \cdot 10^{-5}$  mol/l.

### 5.3.6. Badanie jednorodności chromatograficznej

#### 5.3.6.1. Aparatura i przyrządy

a) Komora chromatograficzna wyłożona bibułą.

b) Płytkę chromatograficzną szklaną pokrytą 0,25 cm warstwą żelu krzemionkowego Kieselgel 60 firmy Merck, wysuszona uprzednio w temperaturze pokojowej w ciągu 24 h.

c) Strzykawka lub mikropipeta pojemności 0,005 mol (5  $\mu$ 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 punkt startu w odległości 1,5 cm od dolnego brzegu płytki i długości drogi roztworu rozwijającego w odległości 10 cm od punktu startu. Na

oznaczony punkt startu nanieść przy użyciu strzykawki 0,01 ml (10  $\mu$ l) roztworu badanego błękitu bromotymolowego wg 5.3.3 i odparować w temperaturze pokojowej rozpuszczalnik z naniesionej plamy badanego roztworu.

Tak przygotowaną płytkę umieścić w komorze chromatograficznej do której uprzednio wprowadzono roztwór rozwijający wg 5.3.6.2d) w takiej ilości, aby wstawiona płytka była zanurzona do 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.

Współczynnik ( $R_f$ ) obliczyć wg wzoru

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

w którym:

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

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

Badany błękit bromotymolowy odpowiada wymaganiom normy dla gatunku cz.d.a. wsk., jeżeli na chromatogramie wystąpi jedna plama koloru ciemnożółtego o  $R_f = 0,65 \pm 0,05$ .

Dla gatunku wsk. dopuszcza się wystąpienie dodatkowo jednej plamy zanieczyszczenia.

**5.3.7. Oznaczanie czułości na zmianę pH.** 0,3 ml roztworu badanego błękitu bromotymolowego, przygotowanego wg 5.3.3, dodać do 100 ml uprzednio przygotowanej i wystudzonej wody.

Do otrzymanego roztworu koloru żółtego dodać 0,1 ml roztworu wodorotlenku sodowego o  $c(\text{NaOH}) = 0,02$  mol/l.

Badany błękit bromotymolowy odpowiada wymaganiom normy, jeżeli roztwór zabarwi się na kolor niebieski.

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-75/6197-05

a) wprowadzono oznaczanie molowego współczynnika absorpcji  
b) wprowadzono oznaczanie jednorodności chromatograficznej metodą TLC.

#### 3. Normy o 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-70/C-80047 Odczynniki. Wytyczne pobierania próbek i przygotowania średniej próbki laboratoryjnej

PN-81/M-78216 Palety ładunkowe płaskie jednopłytowe czterowyjściowe 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

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.)

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

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 KTM

cz.d.a. wsk. 1331-21,

wsk. 1331-21.

**5. Autor projektu normy** — mgr inż. M. Witecka-Grabowa — Przedsiębiorstwo Przemysłowo-Handlowe — Polskie Odczynniki Chemiczne, Gliwice.