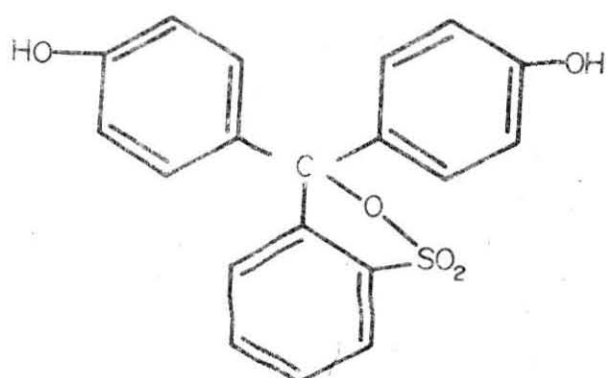


WYROBY PRZEMYSŁU CHEMICZNEGO	N O R M A B R A N Ż O W A	BN-88
	Wskaźniki	6197-07
	Czerwień fenolowa	Zamiast BN-69/6193-15
		Grupa katalogowa 1053 -

1. WSTĘP

Przedmiotem normy jest czerwień fenolowa, stosowana jako wskaźnik acydymetryczny w analizie chemicznej. Czerwień fenolowa ma:

- a) wzór sumaryczny $C_{19}H_{14}O_5S$,
- b) wzór strukturalny



- c) masę molową: 354,38 g/mol,
- d) nazwa systematyczna: fenolosulfoftaleina.

2. PODZIAŁ I OZNACZENIE

2.1. Gatunki. Norma ustala dwa gatunki czerwieni fenolowej oznaczone:

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

2.2. Przykład oznaczenia czerwieni fenolowej czystej do analizy wskaźnik:

CZERWIEŃ FENOLOWA cz.d.a. wsk. BN-88/6197-07

3. WYMAGANIA

3.1. Wymagania ogólne. Czerwień fenolowa powinna mieć postać jasno lub ciemnoczerwono-brunatnego proszku, stabilnego w stanie suchym na powietrzu. Czerwień fenolowa rozpuszcza się w alkoholu etylowym, dobrze rozpuszcza się w rozcieńczonych roztworach wodorotlenków alkalicznych.

Nie rozpuszcza się w chloroformie i eterze.

3.2. Wymagania chemiczne i fizyczne — wg tablicy.

Wymagania	Gatunki	
	cz.d.a. wsk.	wsk.
a) Rozpuszczalność w alkoholu etylowym, 96%(V/V)	całkowita	całkowita
b) Straty przy suszeniu, %(m/m), nie więcej niż	1,5	2
c) Stała dysocjacji <i>pK</i>	7,5 ±0,15	nie normalizuje się
d) Molowy współczynnik absorpcji <i>E</i> przy pH 4,8, nie mniej niż	20 000	17 000
przy pH 8,6, nie mniej niż	50 000	40 000
e) Jednorodność chromatograficzna	wg 5.3.7	wg 5.3.7
f) Czułość na zmianę pH	wg 5.3.8	wg 5.3.8

4. PAKOWANIE, PRZECHOWYWANIE I TRANSPORT

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

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 uszczelką.

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 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 2 i odmiany 1.

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)

Pojedyncze słoje w skrzynkach należy zabezpieczyć przed uszkodzeniami środkiem amortyzującym.

W uzgodnieniu z producentem, przewoźnikiem i 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 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: dla skrzynek drewnianych 2 warstwy,

c) liczbę warstw składowania: dla skrzynek drewnianych 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 powinien być zabezpieczony przed przesuwaniem się i deformacją, tak by tworzył wraz z paletą zwartą stabilną jednostkę ładunkową i nie był wyższy niż 1,75 m.

4.4. Przechowywanie. Czerwień fenolową należy przechowywać w magazynach suchych o zawartości wilgoci poniżej 50%, w temperaturze od 15 do 30°C.

Przechowywać w 3 warstwach.

4.5. Okres gwarancji. Ustala się okres gwarancji czerwieni fenolowej 2 lata.

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

Do środka transportowego ładować w 2 warstwach.

5. BADANIA

5.1. Rodzaje badań

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

5.2. Pobieranie próbek. Próbkę 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 odczyn-

niki cz.d.a. oraz wodę destylowaną lub wodę o równoważnej czystości.

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

5.3.3. Oznaczanie rozpuszczalności w alkoholu etylowym. 0,1 g badanej czerwieni fenolowej odważonej z dokładnością do 0,01 g rozpuścić w 50,0 ml alkoholu etylowego 96%(V/V) w kolbie pomiarowej pojemności 100 ml i uzupełnić alkoholem do kreski. Badana czerwień fenolowa odpowiada wymaganiom normy, jeżeli otrzymany roztwór jest klarowny i nie ma widocznych części nierozpuszczalnych. Dopuszcza się pozostawienie przez 8 h odważkę próbki do całkowitego rozpuszczenia lub krótkie podgrzewanie na łaźni wodnej w temperaturze 40°C.

Otrzymany roztwór pozostawić do dalszych oznaczeń wg 5.3.8.

5.3.4. Oznaczanie strat przy suszeniu. Około 1 g czerwieni fenolowej 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 po suszeniu (X) obliczyć w $\%(m/m)$ wg wzoru

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

w którym:

m_1 — masa wysuszonej czerwieni fenolowej, g,

m — masa odważki badanej czerwieni fenolowej, g.

5.3.5. Oznaczanie stałej dysocjacji jako pK

5.3.5.1. Aparatura i przyrządy

a) Spektrofotometr w zakresie promieniowania widzialnego.

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

5.3.5.2. Odczynniki i roztwory

a) Roztwór buforowy fosforanowo-cytrynowy o pH 4,8, zgodnie z PN-81/C-06504 p. 2.3.2.4.

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

c) Roztwór buforowy fosforanowo-boraksowy o pH 8,6, zgodnie z PN-81/C-06504 p. 2.3.2.7.

Zmierzyć wartość pH na pH-metrze. Dopuszcza się tolerancję pH $\pm 0,05$. Jeżeli wartości odbiegają od normy należy doprowadzić pH do właściwej wartości dodając jednego ze składników buforu.

5.3.5.3. Wykonanie oznaczania. 0,02 g badanej czerwieni fenolowej, odważonej z dokładnością do 0,0002 g rozpuścić w kolbie pomiarowej pojemności 50 ml w 50 ml alkoholu etylowego 96%(m/m) i dobrze wymieszać do całkowitego rozpuszczenia.

Część roztworu zachować do oznaczania wg 5.3.7.

W trzech kolbach pomiarowych pojemności 50 ml umieścić po 1 ml alkoholowego roztworu badanej czerwieni fenolowej. Kolby dopełnić do kreski kolejno roztworami buforowymi wg 5.3.5.2.

¹⁾ Patrz Informacje dodatkowe p. 3.

Sporządzone roztwory czerwieni fenolowej dobrze wymieszać. Dla każdego roztworu wykonać pomiar absorbancji w zakresie promieniowania od 400 do 600 nm co 5 nm, stosując jako odnośnik odpowiedni roztwór buforowy. Z uzyskanych pomiarów obliczyć wartość pK_{435} dla maksymalnych wartości absorbancji zmierzonych w zakresie 430 ÷ 440 nm oraz pK_{560} dla maksymalnych wartości absorbancji zmierzonych w zakresie 560 ÷ 570 nm wg następujących wzorów:

$$pK_{435} = 7,5 - \lg \frac{(A_x 7,5 - A_x 8,6)}{(A_x 4,8 - A_x 7,5)} \quad (2)$$

$$pK_{560} = 7,5 - \lg \frac{(A_y 7,5 - A_y 8,6)}{(A_y 4,8 - A_y 7,5)} \quad (3)$$

w których:

$A_x 7,5, A_x 8,6, A_x 4,8$ — maksymalne wartości absorbancji badanej próby zmierzone w zakresie 430 ÷ 440 nm w roztworach buforowych o pH 7,5, 8,6 i 4,8,

$A_y 7,5, A_y 8,6, A_y 4,8$ — maksymalne wartości absorbancji badanej próby zmierzonej w zakresie 560 ÷ 570 nm w roztworach buforowych o pH 7,5, 8,6 i 4,8, pK śr obliczyć jako średnią arytmetyczną uzyskanych wyników dla pK_{435} i pK_{560} .

5.3.6. Oznaczanie molowego współczynnika absorpcji $EpH 4,8$ i $EpH 8,6$. Z uzyskanych w punkcie 5.3.5 pomiarów absorbancji badanej czerwieni fenolowej wyznaczyć molowe współczynniki absorpcji wg następujących wzorów:

$$EpH 4,8 = \frac{A_{435}}{2,26} \cdot 10^5 \quad (4)$$

$$EpH 8,6 = \frac{A_{560}}{2,26} \cdot 10^5 \quad (5)$$

w których:

$EpH 4,8, EpH 8,6$ — molowe współczynniki absorpcji,

$A_{435 \pm 5}$ — maksymalna absorbancja wyznaczona w zakresie długości fal 430 ÷ 440 nm dla roztworu czerwieni fenolowej o pH = 4,8.

$\frac{1 \cdot 10^5}{2,26}$ — przelicznik wynikający z zamiany stężenia roztworu procentowego na stężenie molowe.

$A_{560 \pm 5}$ — maksymalna absorbancja wyznaczona w zakresie długości fal 560 ÷ 570 nm dla roztworu czerwieni fenolowej o pH = 8,6.

5.3.7. Badanie jednorodności chromatograficznej

5.3.7.1. Aparatura i przyrządy

a) Komora chromatograficzna wyłożona bibułą.

b) Płytki chromatograficzne, pokryte 0,25 mm warstwą żelu krzemionkowego Kieselgel 60 firmy Merck, wysuszonej uprzednio w temperaturze pokojowej przez 24 h.

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

5.3.7.2. Odczynniki i roztwory

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

b) *n*-Butanol.

c) Kwas octowy.

d) Roztwór rozwijający przygotowany przez zmieszanie alkoholu etylowego, alkoholu *n*-butylowego, kwasu octowego i wody w stosunku objętościowym 20 + 60 + 2 + 30.

Roztwór rozwijający powinien być przygotowany na 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 punkty startu w odległości 2 cm od dolnego brzegu płytki oraz długość drogi roztworu rozwijającego w odległości 10 ÷ 12 cm od punktów startu. Na oznaczony punkt startowy nanieść 0,005 ml roztworu czerwieni fenolowej przygotowanego wg 5.3.5.3.

Odparować rozpuszczalnik z naniesionej plamy badanego roztworu w temperaturze pokojowej i płytkę umieścić w komorze chromatograficznej, do której uprzednio wprowadzono roztwór rozwijający wg 5.3.7.2d) 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 i wysuszyć w temperaturze pokojowej. Zaznaczyć środek plamy. Współczynnik (R_f) obliczyć wg wzoru

$$R_f = \frac{X_p}{X_R} \quad (6)$$

w którym:

X_p — odległość środka plamy badanej czerwieni fenolowej od punktu startu, cm,

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

Badana czerwień fenolowa odpowiada wymaganiom normy dla gat. cz.d.a. wsk. jeżeli na chromatogramie wystąpi w świetle widzialnym jedna zwarta plama koloru czerwonego o współczynniku R_f w granicach $0,55 \pm 0,05$. Dla gat. wsk. dopuszcza się wystąpienie dodatkowej plamy zanieczyszczeń.

5.3.8. Oznaczanie czułości na zmianę pH. 0,1 ml roztworu badanego czerwieni fenolowej przygotowanego wg 5.3.3 dodać do 100 ml uprzednio przegotowanej i ostudzonej wody. Do otrzymanego żółtego roztworu dodać 0,1 ml roztworu wodorotlenku sodowego o $c(\text{NaOH}) = 0,02$ mol/l.

Badana czerwień fenolowa odpowiada wymaganiom normy, jeżeli roztwór zabarwi się na kolor czerwony.

INFORMACJE DODATKOWE

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

2. Istotne zmiany w stosunku do BN-69/6193-15

- a) wprowadzono oznaczanie stałej dysocjacji pK ,
- b) wprowadzono oznaczania molowych współczynników absorpcji,
- c) wprowadzono badanie jednorodności chromatograficznej,
- d) zmieniono sposób badania rozpuszczalności w alkoholu etylowym,
- e) wykreślono oznaczanie pozostałości po prażeniu.

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-70/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-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.)

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

cz.d.a. wsk. — 1331-21,

wsk. — 1331-21.

5. Autorzy projektu normy — inż. Bożena Dudzik, mgr Zofia Pacuła PPH „Polskie Odczynniki Chemiczne” — Gliwice.