

WYROBY PRZEMYSŁU CHEMICZNEGO	NORMA BRANŻOWA	BN-71
	Odczynniki Brom	6191-102
		Grupa katalogowa X 51 <sup>1)</sup>

### 1. WSTĘP

**1.1. Przedmiot normy.** Przedmiotem normy jest brom stosowany jako odczynnik chemiczny.

Brom ma:

- wzór chemiczny  $\text{Br}_2$ ,
- masę atomową 159,82 (1961).

#### 1.2. Normy związane

PN-68/C-04518 Analiza chemiczna. Oznaczanie małych zawartości chlorków w bezbarwnych roztworach metodą turbidymetryczną

PN-68/C-04519 Analiza chemiczna. Oznaczanie małych zawartości siarczanów w bezbarwnych roztworach metodą turbidymetryczną

PN-68/C-06500 Analiza chemiczna. Przygotowanie odczynników, roztworów pomocniczych oraz roztworów do kolorimetrii i nefelometrii

PN-70/C-80001 Odczynniki. Pakowanie, przechowywanie i transport

PN/C-80047 Odczynniki. Pobieranie próbek i przygotowanie średniej próbki laboratoryjnej

### 2. PODZIAŁ I OZNACZENIE

**2.1. Gatunki.** W zależności od zawartości zanieczyszczeń i podstawowego składnika rozróżnia się trzy gatunki bromu oznaczane:

- ch.cz. - chemicznie czysty,
- cz.d.a. - czysty do analizy,
- cz. - czysty.

**2.2. Przykład oznaczenia** bromu chemicznie czystego:

BROM ch.cz. BN-71/6191-102

### 3. WYMAGANIA

**3.1. Wymagania ogólne.** Brom powinien mieć postać ciężkiej, ciemnobrunatnej, łatwo lotnej cieczy o duszącym zapachu, o gęstości  $3,11 \text{ g/cm}^3$ .

### 3.2. Wymagania fizyczne i chemiczne

Wymagania	Gatunki		
	ch.cz.	cz.d.a.	cz.
a) Zawartość bromu ( $\text{Br}_2$ ), %, nie mniej niż	99,3	99,0	98,5
b) Substancji organicznych, nielotnych w temperaturze pokojowej, %, nie więcej niż	0,05	0,05	0,1
c) Pozostałość po prażeniu, %, nie więcej niż	0,005	0,015	0,03
d) Siarczanów ( $\text{SO}_4^{2-}$ ), %, nie więcej niż	0,005	0,01	0,02
e) Jodu ( $\text{J}_2$ ), %, nie więcej niż	0,04	0,04	0,08
f) Chloru ( $\text{Cl}_2$ ), %, nie więcej niż	0,05	0,3	0,5

### 4. PAKOWANIE, PRZECHOWYWANIE I TRANSPORT

**4.1. Pakowanie i przechowywanie.** Brom należy pakować, przechowywać i transportować zgodnie z PN-70/C-80001.

Rodzaj opakowania: ampułki szklane lub specjalne butelki z wąską szyjką z nakrętką lub z wstawianym korkiem z wytrzymałego materiału. Korek może być zalany szelakiem, pokryty masą uszczelniającą i owinięty papierem pergaminowym.

Jako opakowanie wtórne należy stosować naczynia wytrzymałe, wypełniane materiałem obojętnym, na przykład ziemią okrzemkową.

**4.2. Transport.** Brom należy przewozić zgodnie z Przepisami dla materiałów niebezpiecznych według postanowień dekretu o przewozie przesyłek kolejami oraz przepisów wykonawczych. Klasa niebezpieczeństwa wg RID V podanymi w PN-70/C-80001.

### 5. BADANIA

**5.1. Pobieranie próbek.** Próbkę należy pobierać zgodnie z PN/C-80047. Masa średniej próbki laboratoryjnej powinna wynosić co najmniej 250 g. Do pobrania próbek należy stosować pipety zaopatrzone w pompkę lub pipety automatyczne.

1) Symbole wg SWW: 1331-431, 1331-411, 1331-421.

#### Polskie Odczynniki Chemiczne

Ustanowiona przez Dyrektora Zjednoczenia Przemysłu Farmaceutycznego „Polfa” dnia 11 października 1971 r. jako norma obowiązująca w zakresie produkcji i obrotu od dnia 1 maja 1972 r.  
(Mon. Pol. nr 58/1971 poz. 379)

Pary bromu działają silnie drażniąco na drogi oddechowe i wszelkie operacje z nim należy wykonywać pod dobrze działającym wyciągiem z zastosowaniem sprzętu ochrony osobistej.

## 5.2. Opis badań

### 5.2.1. Oznaczanie zawartości bromu ( $\text{Br}_2$ )

#### 5.2.1.1. Odczynniki i roztwory

- Jodek potasowy cz.d.a., roztwór 20-procentowy.
- Tiosiarczan sodowy cz.d.a., roztwór 0,1n.
- Skrobia rozpuszczalna cz.d.a., roztwór 1-procentowy.

**5.2.1.2. Wykonanie oznaczenia.** Do kolby pomiarowej pojemności 50  $\text{cm}^3$  z doszlifowanym korkiem, zawierającej 20  $\text{cm}^3$  roztworu jodku potasowego i zważonej z dokładnością do 0,0002 g, wlać szybko około 0,3  $\text{cm}^3$  (1,0 g) badanego bromu. Kolbę zatkać natychmiast korkiem i zważyć powtórnie z tą samą dokładnością. Różnica mas stanowi odważkę badanego bromu. Następnie objętość kolby dopełnić wodą do kreski i dokładnie wymieszać. 10  $\text{cm}^3$  otrzymanego roztworu umieścić w kolbie stożkowej, dodać 50  $\text{cm}^3$  wody i miareczkować wydzielony jod roztworem tiosiarczanu sodowego, dodając pod koniec miareczkowania 1 ÷ 2  $\text{cm}^3$  roztworu skrobi jako wskaźnika.

Zawartość bromu ( $X_1$ ) obliczyć w procentach wg wzoru

$$X_1 = \frac{V_1 \cdot 0,007991 \cdot 100 \cdot 50}{m_1 \cdot 10} - 2,25 \cdot X_2 = \frac{V_1 \cdot 1,5982}{m_1} - 2,25 \cdot X_2$$

w którym:

- $V_1$  - ilość ściśle 0,1n roztworu tiosiarczanu sodowego zużyta do miareczkowania,  $\text{cm}^3$ ,
- $m_1$  - odważka badanego bromu, g,
- 0,007991 - ilość bromu odpowiadająca 1  $\text{cm}^3$  ściśle 0,1n roztworu tiosiarczanu sodowego, g,
- $X_2$  - zawartość chloru w procentach, oznaczana wg 5.2.6,
- 2,25 - mnożnik przeliczeniowy chloru na brom.

**5.2.2. Oznaczanie zawartości substancji organicznych.** 10,0  $\text{cm}^3$  badanego bromu (31,2 g) umieścić w uprzednio wyprażonym do stałej masy i zważonym z dokładnością do 0,0002 g tyglu kwarcowym i odparować pod wyciągiem bez ogrzewania. Następnie tygiel z pozostałością odważyć z dokładnością do 0,0002 g.

Zawartość organicznych zanieczyszczeń ( $X_3$ ) obliczyć w procentach wg wzoru

$$X_3 = \frac{(a_2 - a_3) \cdot 100}{m_2}$$

w którym:

- $a_2$  - masa ogólnej pozostałości, g,
- $a_3$  - masa pozostałości po prażeniu wg 5.2.3, g,
- $m_2$  - odważka badanego bromu, g.

Pozostałość zachować do oznaczania pozostałości po prażeniu wg 5.2.3.

**5.2.3. Oznaczanie pozostałości po prażeniu.** Tygiel z pozostałością otrzymaną wg 5.2.2 wysuszyć w suszarce elektrycznej w temperaturze 180°C, a następnie wyprażyć w piecu elektrycznym w temperaturze 600°C do stałej masy.

Zawartość pozostałości po prażeniu ( $X_4$ ) obliczyć w procentach wg wzoru

$$X_4 = \frac{a_3 \cdot 100}{m_2}$$

### 5.2.4. Oznaczanie zawartości siarczanów ( $\text{SO}_4^{2-}$ ),

**5.2.4.1. Odczynniki i roztwory** - wg PN-68/C-04519 p. 2.3 oraz:

- Węglan sodowy bezwodny cz.d.a., roztwór 1-procentowy.
- Chlorek barowy cz.d.a., roztwór alkoholowy 5-procentowy.

**5.2.4.2. Wykonanie oznaczenia.** 0,5  $\text{cm}^3$  (1,56 g) badanego bromu umieścić w tyglu porcelanowym, dodać 1  $\text{cm}^3$  roztworu węglanu sodowego i odparować na łaźni wodnej do sucha.

Pozostałość rozpuścić w 5  $\text{cm}^3$  wody i odparować ponownie na łaźni wodnej. Pozostałość rozpuścić w wodzie, przenieść ilościowo do kolby pomiarowej pojemności 50  $\text{cm}^3$ , dopełnić objętość wodą do kreski i dokładnie wymieszać.

20  $\text{cm}^3$  otrzymanego roztworu dla odczynnika chemicznie czysty i czysty lub 40  $\text{cm}^3$  roztworu dla odczynnika czysty do analizy umieścić w nefelometrycznym cylindrze, dodać 1  $\text{cm}^3$  kwasu solnego, 1  $\text{cm}^3$  roztworu żelatyny i 3  $\text{cm}^3$  roztworu chlorku barowego, wymieszać i pozostawić na 1 godz.

Badany brom odpowiada wymaganiom normy, jeżeli powstała po 1 godz opalizacja roztworu badanego będzie intensywniejsza od opalizacji roztworu porównawczego przygotowanego równocześnie i zawierającego w tej samej objętości:

- dla odczynnika ch.cz. - 0,03 mg  $\text{SO}_4^{2-}$ ,
  - dla odczynnika cz.d.a. - 0,125 mg  $\text{SO}_4^{2-}$ ,
  - dla odczynnika cz. - 0,125 mg  $\text{SO}_4^{2-}$ ,
- i te same ilości odczynników.

### 5.2.5. Oznaczanie zawartości jodu ( $\text{J}_2$ )

#### 5.2.5.1. Odczynniki i roztwory

- Jodek potasowy cz.d.a., roztwór 4-procentowy.
- Kwas siarkowy cz.d.a., roztwór 1n.
- Wodorotlenek sodowy cz.d.a., roztwór 20-procentowy.
- Brom cz.d.a., roztwór nasycony, przygotowany wg PN-68/C-06500 p. 2.2.15.
- Chloroform cz.d.a.
- Roztwór wzorcowy zawierający  $\text{J}^-$ , przygotowany wg PN-68/C-06500 p. 3.2.1.25 i rozcieńczony 10+990. 1  $\text{cm}^3$  rozcieńczonego roztworu wzorcowego zawiera 0,01 mg  $\text{J}^-$ .

5.2.5.2. Wykonanie oznaczania. 0,16 cm<sup>3</sup> (0,5 g) badanego bromu umieścić w kolbie stożkowej pojemności 50 cm<sup>3</sup>, dodać 20 cm<sup>3</sup> wody, następnie 1 cm<sup>3</sup> roztworu wodorotlenku sodowego, wymieszać, dodać 5 cm<sup>3</sup> roztworu kwasu siarkowego i gotować do całkowitego wydzielenia bromu.

Następnie roztwór zobojętnić roztworem wodorotlenku sodowego wobec papierka lakmusowego, następnie dodać 2 cm<sup>3</sup> roztworu kwasu siarkowego i gotować powtórnie do całkowitego wydzielenia bromu. Następnie roztwór oziębic, przenieść ilościowo do kolby pomiarowej pojemności 50 cm<sup>3</sup>, dopełnić objętość wodą do kreski i wymieszać.

10,0 cm<sup>3</sup> (0,1 g) otrzymanego roztworu umieścić w rozdzielaczu. Jeżeli roztwór jest zabarwiony na żółto, wówczas należy **ekstrahować** pozostały brom 10 cm<sup>3</sup> chloroformu, po rozdzieleniu się warstw warstwę chloroformową odrzucić.

Następnie do roztworu w rozdzielaczu dodać 0,1 cm<sup>3</sup> roztworu jodku potasowego, wymieszać i pozostawić w spokoju na 5 min, po czym wolny jod **ekstrahować** 5 cm<sup>3</sup> chloroformu, po rozdzieleniu się warstw ekstrakt chloroformowy umieścić w kolorymetrycznej próbce.

Badany brom odpowiada wymaganiom normy, jeżeli różowawo-fioletowe zabarwienie warstwy chloroformowej roztworu badanego nie będzie intensywniejsze od zabarwienia warstwy chloroformowej roztworu porównawczego, przygotowanego równocześnie w następujący sposób:

w kolbie stożkowej pojemności 50 cm<sup>3</sup> umieścić:  
dla odczynnika ch.cz. - 0,04 mg J<sup>-</sup>,  
dla odczynnika cz.d.a. - 0,04 mg J<sup>-</sup>,  
dla odczynnika cz. - 0,08 mg J<sup>-</sup>

oraz dodać 20 cm<sup>3</sup> wody, 1 cm<sup>3</sup> roztworu wodorotlenku sodowego, 5 cm<sup>3</sup> roztworu kwasu siarkowego i 1 cm<sup>3</sup> roztworu nasyconego bromu, a następnie postępować tak jak przy przygotowaniu roztworu badanego.

## 5.2.6. Oznaczanie zawartości chloru (Cl<sub>2</sub>)

5.2.6.1. Odczynniki i roztwory - wg PN-68/C-04518 p. 2.3 oraz nadtlenek wodoru cz.d.a., roztwór 30-procentowy.

5.2.6.2. Wykonanie oznaczania. 1,0 cm<sup>3</sup> (3,1 g) badanego bromu umieścić w kolbie stożkowej pojemności 100 cm<sup>3</sup>, dodać 15 cm<sup>3</sup> roztworu kwasu azotowego i 5 cm<sup>3</sup> roztworu nadtlenu wodoru i ogrzewać na łaźni piaskowej w temperaturze 200°C do całkowitego wydzielenia bromu, otrzymując podczas odparowywania objętość równą 15 cm<sup>3</sup> przez dopełnienie wodą.

Po odbarwieniu się roztworu ścianki kolby zmyć 15 ÷ 20 cm<sup>3</sup> wody. Następnie do roztworu dodać 0,1 cm<sup>3</sup> roztworu nadtlenu wodoru i ogrzewać w ciągu 15 min na łaźni piaskowej. Po oziębieniu roztworu roztwór przenieść ilościowo do kolby pomiarowej pojemności 500 cm<sup>3</sup>, dopełnić objętość wodą do kreski i wymieszać.

Do 5 cm<sup>3</sup> otrzymanego roztworu (0,031 g) dodać 1 cm<sup>3</sup> roztworu kwasu azotowego i 1 cm<sup>3</sup> roztworu azotanu srebra, dopełnić objętość roztworu wodą do 25 cm<sup>3</sup>, wymieszać i pozostawić w ciemnym miejscu na 20 min.

Badany brom odpowiada wymaganiom normy, jeżeli powstała opalizacja roztworu badanego nie będzie intensywniejsza od opalizacji roztworu porównawczego przygotowanego równocześnie i zawierającego w tej samej objętości:

dla odczynnika ch.cz. - 0,016 mg Cl<sup>-</sup>,  
dla odczynnika cz.d.a. - 0,09 mg Cl<sup>-</sup>,  
dla odczynnika cz. - 0,15 mg Cl<sup>-</sup>

i te same ilości odczynników.

## K O N I E C

### INFORMACJE DODATKOWE do BN-71/6191-102

#### 1. Istotne zmiany do PN-53/C-80253

a) wprowadzono oznaczanie i ustalono zawartość bromu,

b) wprowadzono ilościowe oznaczanie zawartości jodu, którą ustalono w wysokości wymagania załącznika eksportowego.

Dotychczas obowiązująca PN-53/C-80253 wraz z załącznikiem eksportowym nr 1 zostaje unieważniona z dniem 1 maja 1972 r.

#### 2. Zalecenia międzynarodowe

RWPG PC 1743-69 Реактивы. Бром - norma zgodna.