



中华人民共和国国家标准

GB/T 20433—2006/ISO 3619:1994

摄影 加工用化学品 硫代硫酸铵溶液规格

Photography—Processing chemicals—Specifications
for ammonium thiosulfate solution

(ISO 3619:1994, IDT)



2006-01-23 发布

2006-11-01 实施



中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局
中国国家标准化管理委员会

发布

中 华 人 民 共 和 国
国 家 标 准

摄影 加工用化学品

硫代硫酸铵溶液规格

GB/T 20433—2006/ISO 3619:1994

*

中国标准出版社出版发行
北京复兴门外三里河北街16号

邮政编码:100045

网址 www.spc.net.cn

电话:68523946 68517548

中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷

各地新华书店经销

*

开本 880×1230 1/16 印张 0.75 字数 10 千字

2006年11月第一版 2006年11月第一次印刷

*

书号: 155066·1-28304 定价 10.00 元



GB/T 20433-2006

如有印装差错 由本社发行中心调换

版权专有 侵权必究

举报电话:(010)68533533

前 言

本标准等同采用 ISO 3619:1994《摄影 加工药液 硫代硫酸铵溶液规格》(英文版)。

为便于使用,本标准做了下列编辑性修改:

- a) “本国际标准 ISO 3619”一词改为“本标准”;
- b) 删除了 ISO 3619:1994 的前言和引言;
- c) 将标准滴定溶液表示方法修改为: $c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3)=0.100\text{ mol/L}$
 $c(\text{NaOH})=0.100\text{ mol/L}$
 $c(\text{I}_2)=0.050\text{ mol/L}$ 。

本标准由中国石油和化学工业协会提出。

本标准由全国感光材料标准化技术管理委员会(SAC/TC 102)归口。

本标准起草单位:中国乐凯胶片集团公司。

本标准主要起草人:王丽丽、王新华。

摄影 加工用化学品 硫代硫酸铵溶液规格

1 范围

本标准规定了照相级硫代硫酸铵溶液的纯度及其测定方法。

2 规范性引用文件

下列文件中的条款通过本标准的引用而成为本标准的条款。凡是注日期的引用文件，其随后所有的修改单(不包括勘误的内容)或修订版均不适用于本标准，然而，鼓励根据本标准达成协议的各方研究是否可使用这些文件的最新版本。凡是不注日期的引用文件，其最新版本适用于本标准。

GB/T 20432.1—2006 摄影 照相级化学品 试验方法 第1部分：总则(ISO 10349-1:1992, IDT)

GB/T 20432.4—2006 摄影 照相级化学品 试验方法 第4部分：灼烧残渣的测定(ISO 10349-4:1992, IDT)

ISO 10349-3:1992 摄影 照相级化学品 试验方法 第3部分：氨水不溶物的测定

ISO 10349-5:1992 摄影 照相级化学品 试验方法 第5部分：重金属和铁含量测定

ISO 10349-10:1992 摄影 照相级化学品 试验方法 第10部分：硫化物的测定

ISO 10349-11:1992 摄影 照相级化学品 试验方法 第11部分：相对密度的测定

ISO 10349-12:1992 摄影 照相级化学品 试验方法 第12部分：密度的测定

3 总则

3.1 物理性能

硫代硫酸铵(NH₄)₂S₂O₃ 相对分子量 148.20,其溶液无色透明,可在低温下结晶。

3.2 危险特性

硫代硫酸铵溶液在常规防护情况下操作没有危险,但不应与大量的强酸或强碱混合。

3.3 贮存

硫代硫酸铵溶液应在室温下储存于密闭容器中。

4 要求

技术要求见表1。

表1 技术要求

项 目	规 格	章 条	试验方法
(NH ₄) ₂ S ₂ O ₃ 的质量分数	53.0%~61.0%	7.1	本标准
碱度(以 NH ₄ OH 计)的质量分数	0.3%~1.5%	7.1	本标准
亚硫酸盐(以 NH ₄) ₂ SO ₃ 计) ≤	1%	7.1	本标准
不溶物的质量分数 ≤ (氨水中钙和镁沉淀物)	0.2%	7.2	ISO 10349-3:1992
灼烧残渣的质量分数 ≤	0.2%	7.3	GB/T 20432.4—2006
重金属(以 Pb 计)的质量分数 ≤	0.001%	7.4	ISO 10349-5:1992

表 1 (续)

项 目	规 格	章 条	试验方法
铁(Fe)的质量分数 $\leq$	0.001%	7.5	ISO 10349-5:1992
硫化物(以 S^{2-} 计)的质量分数 $\leq$	0.000 25%	7.6	ISO 10349-10:1992
相对密度(20℃)	1.290~1.346	7.7.1	ISO 10349-11:1992
密度(20℃)	1.284 g/mL~1.340 g/mL	7.7.2	ISO 10349-12:1992

5 试剂和玻璃制品

所有的试剂、原材料和玻璃制品若无其他要求应符合 GB/T 20432.1—2006 中的规定要求。在操作步骤中使用的危害警示符号在 GB/T 20432.1—2006 中做了规定。这些警示符号只是为使用者提供危险信息,而不意味着符合要求,因为各国的要求不同。

6 采样

见 GB/T 20432.1—2006。

7 试验方法

7.1 $(NH_4)_2S_2O_3$ 的质量分数、碱度(NH_4OH)的质量分数和亚硫酸盐 $[(NH_4)_2SO_3]$ 的质量分数的测定。

7.1.1 规格

$(NH_4)_2S_2O_3$ 的质量分数为 53.0%~61.0%。

碱度的质量分数为 0.3%~1.5%。

亚硫酸盐的质量分数不大于 1%。

7.1.2 试剂

7.1.2.1 硫代硫酸钠标准滴定溶液: $c(Na_2S_2O_3)=0.100\text{ mol/L}^{1)}$ 。

7.1.2.2 盐酸标准滴定溶液: $c(HCl)=0.100\text{ mol/L}^{1)2)}$ 。

7.1.2.3 氢氧化钠标准滴定溶液: $c(NaOH)=0.100\text{ mol/L}^{1)3)}$ 。

7.1.2.4 碘标准滴定溶液: $c(I_2)=0.050\text{ mol/L}^{1)4)}$ 。

7.1.2.5 乙醇(C_2H_5OH):体积分数为 95%(工业级)。

7.1.2.6 甲基红指示剂(0.1 g/L)

将 25 mg 甲基红(细粉末)和 0.95 mL 的水和氢氧化钠混合物(7.1.2.3)(1+1)和 5 mL 乙醇(7.1.2.5)加热混合,完全溶解后,加 125 mL 的乙醇(7.1.2.5),然后用水稀释至 250 mL。

7.1.2.7 水杨酸($C_6H_6O_3$):1%(10 g/L)

将 1 g 水杨酸溶解在 100 mL 水中制备成溶液。

7.1.2.8 淀粉指示剂(5 g/L)

将 5 g 可溶性淀粉溶于 100 mL 的水杨酸中(7.1.2.7)搅拌,然后加 300 mL~400 mL 的热水加热直至溶解,最后用水稀释至 1 L。

1) 通常在市场上推荐的试剂,已制备好的溶液,参见任何定量分析化学课本。

2) 此溶液用浓盐酸制备, $\rho\approx 1.18\text{ g/mL}$ (危险:<C>)(危害警示符号在 GB/T 20432.1—2006 中规定)。

3) 此溶液可用 NaOH 颗粒制备(危险:<<C>>)。

4) 自制碘溶液在使用之前必须检定。

7.1.3 仪器

7.1.3.1 单标线刻度容量瓶:500 mL。

7.1.3.2 移液管:50 mL。

7.1.3.3 滴定管:50 mL。

7.1.4 操作步骤

称取 8 g 试料,精确到 0.01 g,加入到一个 500 mL 容量瓶(7.1.3.1)中,用 100 mL 水稀释,加几滴甲基红指示剂(7.1.2.6)立刻用盐酸(7.1.2.2)滴定至第一次颜色改变,然后加水稀释溶液至刻度,用移液管(7.1.3.2)移取 50 mL,加入 75 mL 水和 2 mL 淀粉指示剂(7.1.2.8),用碘溶液(7.1.2.4)滴定至蓝色(第二个终点),然后仔细加入足够的硫代硫酸钠标准溶液(7.1.2.1)直至蓝色消失,补加几滴甲基红指示剂(7.1.2.6),用氢氧化钠(7.1.2.3)滴定至最初的颜色变化(第三个终点)。

7.1.5 结果计算

7.1.5.1 硫代硫酸铵的质量分数以 $(\text{NH}_4)_2\text{S}_2\text{O}_3$ 质量分数 w_1 计,数值以%表示,按式(1)计算:

$$w_1 = \frac{296.4 \times (c_2 \times V_2 - 0.333 \times c_3 \times V_3)}{m} \quad \dots\dots\dots(1)$$

式中:

 c_2 ——碘标准滴定溶液的浓度,单位为摩尔每升(mol/L); V_2 ——达到第二个滴定终点时所用的碘标准滴定溶液的体积,单位为毫升(mL); c_3 ——氢氧化钠标准滴定溶液的浓度,单位为摩尔每升(mol/L); V_3 ——达到第三个滴定终点时所用氢氧化钠标准滴定溶液的体积,单位为毫升(mL);

296.4——换算系数,硫代硫酸铵的摩尔质量(148.2)×2摩尔(2)×样品比率(10)×毫升换算成升的系数(0.001)×100(百分数);

0.333——碘在硫代硫酸盐氧化作用下生成的酸的比率的校正系数见 7.1.5.3 的注;

 m ——试料的质量,单位为克(g)。7.1.5.2 碱度的质量分数以氢氧化铵(NH_4OH)的质量分数 w_2 计,数值以%表示,按式(2)计算:

$$w_2 = \frac{3.5 \times c_1 \times V_1}{m} \quad \dots\dots\dots(2)$$

式中:

 c_1 ——盐酸标准滴定溶液的浓度,单位为摩尔每升(mol/L); V_1 ——达到第一个滴定终点时所用的盐酸标准滴定溶液的体积,单位为毫升(mL);

3.5——换算系数,1 摩尔盐酸的质量(35)×毫升换算成升的系数(0.001)×100;

 m ——试料的质量,单位为克(g)。7.1.5.3 亚硫酸盐的质量分数以亚硫酸铵 $[(\text{NH}_4)_2\text{SO}_3]$ 的质量分数 w_3 计,数值以%表示,按式(3)计算:

$$w_3 = \frac{38.7 \times c_3 \times V_3}{m} \quad \dots\dots\dots(3)$$

式中:

 c_3 ——氢氧化钠标准滴定溶液的浓度,单位为摩尔每升(mol/L); V_3 ——达到第三个滴定终点时所用的氢氧化钠标准滴定溶液的体积,单位为毫升(mL);

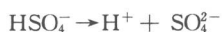
38.7——换算系数,1/3 摩尔的氢氧化钠(见注)(0.333 3×116)×样品比率(10)×毫升换算成升的系数(0.001)×100;

 m ——试样的质量,单位为(g)。

注:正确的化学反应如下:

硫代硫酸铵的氧化反应： $2\text{S}_2\text{O}_3^{2-} + \text{I}_2 \rightarrow \text{S}_4\text{O}_6^{2-} + 2\text{I}^-$

亚硫酸的氧化反应： $\text{HSO}_3^- + \text{I}_2 + \text{H}_2\text{O} \rightarrow \text{HSO}_4^- + 2\text{I}^- + 2\text{H}^+$



7.2 不溶物的质量分数(氢氧化铵中的钙和镁的沉淀物)

7.2.1 规格

不溶物的质量分数不大于 0.2%。

7.2.2 步骤

不溶物的质量分数测定按 ISO 10349-3:1992 中的规定执行。

7.3 灼烧残渣

7.3.1 规格

灼烧残渣的质量分数不大于 0.2%。

7.3.2 步骤

灼烧残渣的测定按 GB/T 20432.4 中的规定执行。

从试样中称取 10 g 试料,精确到 0.01 g,蒸发至干燥,然后按 GB/T 20432.4 的规定执行,在 600℃ ±50℃ 下烘 4 h,在干燥器中冷却,然后称量,精确到 0.001 g,为测定重金属(7.4)和铁(7.5)的质量分数而保留残渣。

7.4 重金属的质量分数(Pb)

7.4.1 规格

重金属的质量分数不大于 0.001%。

7.4.2 步骤

重金属质量分数的测定按 ISO 10349-5:1992 中的规定执行。按照 ISO 10349-5:1992 中 7.1(从 25 mL 溶液中量取 5 mL),从灼烧残渣(7.3.2)中取 2 g 试料,按 ISO 10349-5:1992 中 8.1.1 标准配制 2 mL 重金属溶液。

7.5 铁的质量分数

7.5.1 规格

铁的质量分数不大于 0.001%。

7.5.2 步骤

铁的质量分数的测定按照 ISO 10349-5:1992 中的规定执行。按 ISO 10349-5:1992 中 7.1(从 25 mL 残渣溶液中量取 5 mL),从灼烧残渣(7.3.2)中称取 2 g 样品。使用 2 mL 铁标准溶液,按照 ISO 10349-5:1992 中 8.1.1 标准配制。

7.6 硫化物的质量分数(S^{2-})

7.6.1 规格

硫化物的质量分数不大于 0.000 25%。

7.6.2 步骤

硫化物的质量分数测定按照 ISO 10349-10:1992 中规定执行。从试样中称取 2 g 试料,精确到 0.05 g,与 40 mL 水混合,使用 5 mL 硫化物标准液。

7.7 相对密度或密度

无论是相对密度还是密度的测定都完全与规格一致。

7.7.1 相对密度

7.7.1.1 规格

相对密度在 1.290~1.346 之间,温度为 20℃。

7.7.1.2 步骤

相对密度的测定按照 ISO 10349-11:1992 中的规定执行,使用范围 1.25~1.35 的相对密度测试。

7.7.2 密度

7.7.2.1 规格

密度将在 1.284 g/mL~1.340 g/mL 之间,温度为 20℃。

7.7.2.2 程序

密度的测定按照 ISO 10349-12:1992 中的规定执行。
