



中华人民共和国国家标准

GB/T 22392—2008/ISO 423:1994

摄影 加工用化学品 对苯二酚

Photography—Processing chemicals—Specifications for hydroquinone

(ISO 423:1994, IDT)

2008-09-24 发布

2009-05-01 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

前 言

本标准等同采用 ISO 423:1994《摄影 加工用化学品 对苯二酚规范》(英文版)。

本标准等同翻译 ISO 423:1994。

为了便于使用,本标准做了如下编辑性修改:

——“本国际标准”或“ISO 423”改为“本标准”;

——用小数点“.”代替作为小数点的逗号“,”;

——删除 ISO 423:1994 的前言、引言;

——将第 2 章“规范性引用文件”所列部分国际文件用等同翻译的国家标准代替。

请注意本标准的某些内容有可能涉及专利,本标准的发布机构不应承担识别这些专利的责任。

本标准的附录 A 为规范性附录。

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保定乐凯照相化学有限公司。

本标准起草人:宿静波。

摄影 加工用化学品 对苯二酚

1 范围

本标准规定了照相级对苯二酚的纯度要求及测试纯度的试验方法。

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 照相级化学品 试验方法 第1部分:总则(ISO 10349-1:2002,IDT)

GB/T 20432.4—2006 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)

GB/T 20432.5—2007 照相级化学品 试验方法 第5部分:重金属和铁含量的测定(ISO 10349-5:1992,IDT)

ISO 565:1990 试验用筛 金属丝编织网布、孔板和电加工成形的薄板、孔径的公称尺寸

3 概述

3.1 物理性质

对苯二酚 $[C_6H_4(OH)_2]$ 为白色或近似白色针状结晶或自由流动的结晶状粉末,相对分子质量为110.10。

3.2 危险性

对苯二酚接触到眼睛可导致伤害,接触皮肤可导致皮炎。避免所有皮肤接触,勿吸入粉尘或蒸汽。操作时戴护目用品和手套。可向制造商索取更多的资料。

4 要求

要求见表1。

表1 要求

项 目	测试限	条款	测试标准
含量/% \geq	99.0	7.1	本标准
特性试验			
熔点/ $^{\circ}C$	171~175	7.2.1	本标准
混合物熔点/ $^{\circ}C$	不低于样品或标准样	7.2.1	本标准
红外光谱	与图1相符	7.2.2	本标准
灼烧残渣含量/% \leq	0.10	7.3	GB/T 20432.4—2006
重金属含量(以Pb计)/% \leq	0.002	7.4	GB/T 20432.5—2007
铁含量(以Fe计)/% \leq	0.002	7.5	GB/T 20432.5—2007
溶液外观	透明无不溶物(微量絮状物除外)	7.6	本标准

5 试剂和玻璃仪器

除另有规定外,所有试剂、原材料和玻璃仪器应符合 GB/T 20432.1—2006 的要求。详细的操作步骤中用于提示操作的危险警示符号见 GB/T 20432.1—2006。这些符号只是为使用者提供资料,并不意味着危险标志要求,因为各个国家的规定是不同的。

6 采样

见 GB/T 20432.1—2006。

7 试验方法

7.1 含量

7.1.1 要求

对苯二酚质量分数应不低于 99.0%。

7.1.2 试剂

7.1.2.1 六硝酸铈(IV)铵标准滴定溶液: $c[(\text{NH}_4)_2\text{Ce}(\text{NO}_3)_6] = 0.10 \text{ mol/L}$ ^[1),2)]。

7.1.2.2 二苯胺指示剂溶液:溶解 1 g 二苯胺于 100 mL 硫酸(7.1.2.3)中(危险性《C》) ^[3)]。

7.1.2.3 硫酸标准溶液: $c(\text{H}_2\text{SO}_4) = 0.05 \text{ mol/L}$ ^[1),4)]。

7.1.3 仪器

通用的实验室仪器,特别是如下仪器。

7.1.3.1 表面皿

7.1.3.2 滴定管, 50 mL。

7.1.4 步骤

称取大约 0.25 g 试样,称准至 0.000 1 g,置于表面皿(7.1.3.1)上,将表面皿和试样转移至 250 mL 盛有 100 mL 水和 10 mL 硫酸(7.1.2.3)的广口锥形瓶中,溶解试样。加入 3 滴二苯胺指示剂溶液(7.1.2.2),用六硝酸铈(IV)铵标准滴定溶液(7.1.2.1)滴定至紫红色终点。

7.1.5 结果表述

含量 w 以 $\text{C}_6\text{H}_4(\text{OH})_2$ 的质量分数表示, % 由下式给出:

$$w = 5.51 \times cV/m$$

式中:

c ——六硝酸铈(IV)铵标准滴定溶液(7.1.2.1)的物质的量浓度的数值,单位为摩尔每升(mol/L);

V ——消耗的六硝酸铈(IV)铵标准滴定溶液(7.1.2.1)的体积的数值,单位为毫升(mL);

m ——试样质量的数值,单位为克(g);

5.51—— $\{110.1/2[\text{与 } 1 \text{ mol 六硝酸铈(IV)铵相当的对苯二酚的质量}] \times 0.001(\text{毫升对升的转化倍率}) \times 100(\text{百分数})\}$ 。

7.2 特性测试

7.2.1 熔点

7.2.1.1 要求

熔点应在 171 °C~175 °C 之间。

1) 推荐使用适用的商品分析试剂。

2) 六硝酸铈铵标准滴定溶液(0.10 mol/L)的一个制备过程见附录 A。

3) 危险警示符号见 GB/T 20432.1—2006 第 4 章中的定义。

4) 此溶液可用硫酸($\rho \approx 1.81 \text{ g/mL}$, 危险性《C》)制备。

混合物熔点应在 171 °C~175 °C 之间,并不低于样品或标准样。

7.2.1.2 仪器

毛细管熔点测试仪器,带有范围 100 °C~200 °C 的温度计。

7.2.1.3 步骤

准备三个毛细管,内含下列物质:

- 测试样品;
- 已知的对苯二酚样品;
- 样品 a) 和 b) 细粉末的等比混合物。

标记毛细管并将其附至温度计上。将仪器(7.2.1.2)加热至 155 °C,将附有样品的温度计装到仪器上,按 1 °C/min 的恒定速度加热,注意当样品刚出现液化现象时的温度为熔点。

7.2.2 红外光谱

7.2.2.1 要求

红外吸收曲线应与参考谱图(见图 1)基本一致。本项目可作为 7.2.1 熔点测试的补充。

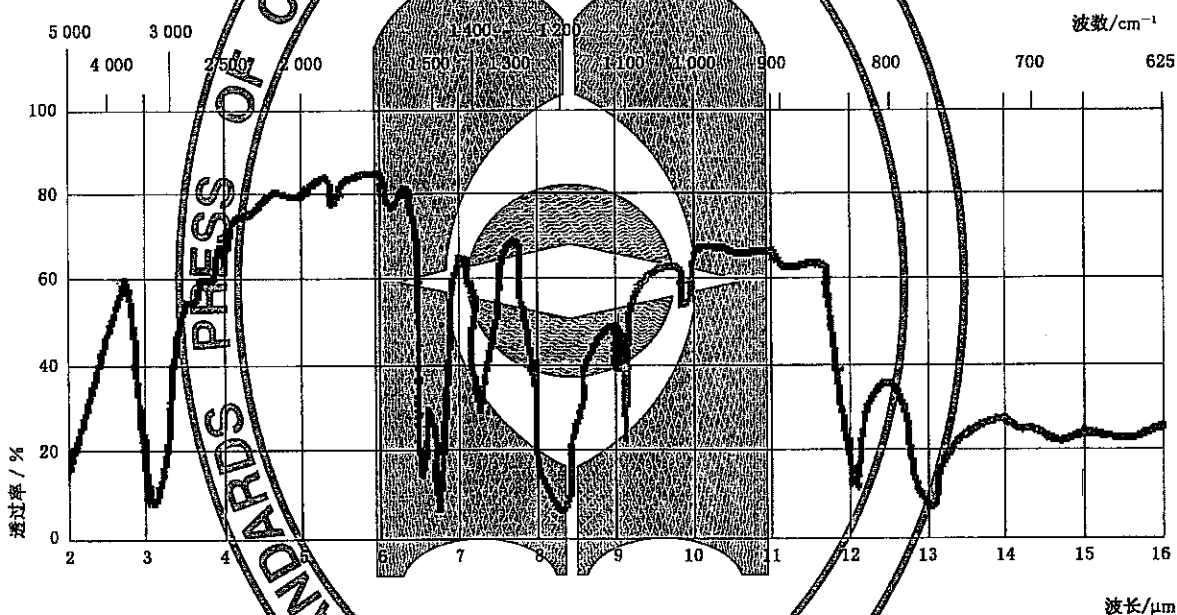


图 1 对苯二酚的参考红外光谱图

7.2.2.2 仪器

7.2.2.2.1 试验筛:孔径为 63 μm,符合 ISO 565:1990 的要求。

7.2.2.2.2 红外光谱仪:测试范围 2 μm~16 μm,带有溴化钾压片或矿物油混合附件。

7.2.2.3 步骤

将大约 1 g 的样品研磨成均匀的细粉末,与研细的溴化钾混合成样品质量分数为 0.5% 的混合物,并通过试验筛(7.2.2.2.1)。将混合物制成 0.13 g/cm²~0.16 g/cm² 的压片,记录 2 μm~16 μm 内的红外光谱,与图 1 给出的参考光谱图相比较。

注:作为可替换过程,样品可用矿物油分散制样,测试时必须扣除油的吸收带。

7.3 灼烧残渣

7.3.1 要求

灼烧残渣质量分数应不超过 0.10%。

7.3.2 步骤

按照 GB/T 20432.4—2006 的规定测试灼烧残渣。称取大约 5 g 试样,称准至 0.01 g,于 600 °C ±

50 ℃下灼烧 4 h。在干燥器内冷却,称准至 0.001 g。保留残渣用于重金属质量分数(7.4)和铁质量分数(7.5)测试。

7.4 重金属含量(以 Pb 计)

7.4.1 要求

重金属质量分数应不超过 0.002%。

7.4.2 步骤

重金属质量分数测试按照 GB/T 20432.5—2007 的规定。使用部分灼烧残渣(7.3)测试,即按 GB/T 20432.5—2007 中 7.1 规定取相当于 1 g 的样品(25 mL 灼烧残渣溶液取 5 mL),使用的 2 mL 重金属标准溶液按照 GB/T 20432.5—2007 中 8.1.1 制备。

注:铁含量测试(7.5)用标准溶液制备方法同重金属标准溶液。

7.5 铁含量

7.5.1 要求

铁质量分数应不超过 0.002%。

7.5.2 步骤

铁质量分数测试按照 GB/T 20432.5—2007 的规定。使用部分灼烧残渣(7.3)测试,即按 GB/T 20432.5—2007 中 7.1 规定取相当于 1 g 的样品(25 mL 灼烧残渣溶液取 5 mL),使用的 2 mL 铁标准溶液按照 GB/T 20432.5—2007 中 8.1.1 制备。

7.6 溶液外观

7.6.1 要求

所配溶液应为透明的,无不溶物(微量絮状物除外)。

7.6.2 试剂

乙酸(1+9):由冰乙酸(危险性:(C)(B))制备。

7.6.3 步骤

配制 50 g/L 样品的冰乙酸(7.6.2)溶液,用透射和反射光来检测澄清度和颜色。

附录 A (规范性附录)

六硝酸铈铵标准滴定溶液 $\{c[(\text{NH}_4)_2\text{Ce}(\text{NO}_3)_6]=0.1 \text{ mol/L}\}$ 的制备

A.1 试剂

A.1.1 六硝酸铈铵 $[(\text{NH}_4)_2\text{Ce}(\text{NO}_3)_6]$ 。

A.1.2 三氧化二砷 (As_2O_3) ：基准试剂(危险性：《S》)。

A.1.3 亚铁灵 $[2(1,10\text{-菲啰啉})\text{亚铁络离子}]$ 指示剂溶液：溶解 1.48 g 1,10-菲啰啉于 100 mL 硫酸亚铁溶液 (0.025 mol/L) 中。

A.1.4 四氧化钼溶液(危险性：《S》《B》《C》)：溶解 0.25 g 四氧化钼(危险性：《S》《B》《C》)于 100 mL 硫酸溶液 $[c(\text{H}_2\text{SO}_4)=0.05 \text{ mol/L}]$ (7.1.2.3) 中。

A.1.5 氢氧化钠溶液：100 g/L(危险性：《C》)。

A.1.6 硫酸： $\rho \approx 1.81 \text{ g/mL}$ (危险性：《C》)。

A.1.7 硫酸(1+5)(危险性：《C》)：应用硫酸(A.1.6)(危险性：《C》)制备。

A.2 制备

称取 50 g~54 g 六硝酸铈铵(A.1.1)，置于带机械搅拌的 600 mL 烧杯中，加入 27 mL 硫酸(A.1.6)，混合。特别小心地，搅拌下加入 100 mL 水，每次加入水应搅拌 2 min~3 min。

警告——正常的酸和水混合过程应该是缓慢地将酸加入水中，这里的加入过程是相反的。因而，要特别小心，避免放热引起的飞溅。

继续加水直至六硝酸铈铵完全溶解。用水稀释至 1 000 mL，混匀。

注：商品基准六硝酸铈铵溶液可用来代替此制备和下面的标定过程。

A.3 标定

称取接近 0.2 g 干燥的基准试剂三氧化二砷(A.1.2)(危险性：《S》)，称准至 0.000 1 g，置于表面皿(7.1.3.1)上。将表面皿和试剂转移至 250 mL 广口锥形瓶中，加入 15 mL 氢氧化钠溶液(A.1.5)(《C》)，缓缓加热。

溶解完后，冷却至 $20 \text{ }^\circ\text{C} \pm 5 \text{ }^\circ\text{C}$ ，加入 25 mL 硫酸溶液(1+5)(A.1.7)(《C》)，用水稀释至 100 mL，加入 3 滴(接近 0.15 mL)四氧化钼溶液(A.1.4)(《S》《B》《C》)和 1 滴亚铁灵指示剂溶液(A.1.3)。

用铈盐溶液(A.2)滴定至微红橙色变为无色或淡蓝色。四氧化钼(A.1.4)不足会使终点不明显，溶液的老化会消耗 10~15 滴(接近 0.7 mL)。

A.4 结果表述

铈铵溶液的实际浓度 c (用摩尔每升表示)由下式给出：

$$c = 20.22 \times m/V$$

式中：

m ——三氧化二砷(A.1.2)的质量的数值，单位为克(g)；

V ——标定中用去的铈铵溶液(A.2)的体积的数值，单位为毫升(mL)；

20.22——换算因子 $[1\ 000(\text{升对毫升的转化倍率}) \div (197.84/4)(1/4 \text{ 三氧化二砷的摩尔质量})]$ 。

中 华 人 民 共 和 国
国 家 标 准
摄影 加工用化学品 对苯二酚
GB/T 22392—2008/ISO 423:1994

*

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 11 千字

2009年1月第一版 2009年1月第一次印刷

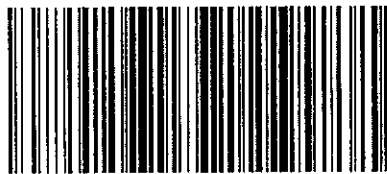
*

书号:155066·1-35171 定价 14.00 元

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



GB/T 22392-2008