

MATERIAŁY FOTOCHEMICZNE	NORMA BRANŻOWA	BN-65
	Siarczan hydroksyloaminy do celów fotograficznych	6126-10
		Grupa katalogowa X 84

1. WSTĘP

1.1. Przedmiot normy. Przedmiotem normy jest siarczan hydroksyloaminy stosowany jako składnik roztworów fotograficznych do chemicznej obróbki materiałów fotograficznych barwnych. Siarczan hydroksyloaminy ma:

- wzór chemiczny $(\text{NH}_2\text{OH})_2\text{SO}_4$
- ciężar cząsteczkowy 164,08 (1964 r.)

1.2. Oznaczenie

SIARCZAN HYDROKSULOAMINY DO CELÓW FOTOGRAFICZNYCH BN-65/6126-10

1.3. Normy związane

PN/C-04515	Chemiczne badania i próby. Oznaczanie małych zawartości metali ciężkich, strąconych siarkowodorem, w produktach chemicznych
PN/C-06500	Odczynniki. Przygotowanie roztworów do kolorymetrii i nefelometrii
PN/C-80001	Odczynniki. Opakowanie, znakowanie i przechowywanie
PN/C-80047	Odczynniki. Pobieranie próbek i przygotowanie średniej próbki laboratoryjnej
PN-58/D-94000	Wełna drzewna

2. WYMAGANIA

2.1. Wymagania ogólne. Siarczan hydroksyloaminy do celów fotograficznych powinien mieć postać bezbarwnych niehigroskopijnych kryształków rozpuszczalnych w wodzie.

2.2. Wymagania szczegółowe

Wymagania	
a) Tożsamość	wg 4.2.1
b) Siarczamu hydroksyloaminy, %, co najmniej	96
c) Substancji nierozpuszczalnych w wodzie, %, najwyżej	0,005
d) Żelaza w przeliczeniu na Fe^{3+} , %, najwyżej	0,005
e) Metali ciężkich strąconych siarkowodorem w przeliczeniu na Pb^{2+} , %, najwyżej	0,002
f) Soli amonowych w przeliczeniu na $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$, %, najwyżej	0,3

2.3. Trwałość. Siarczan hydroksyloaminy przechowywany zgodnie z rozdz. 3 powinien odpowiadać wymaganiom wymienionym w 2.1 i 2.2 w ciągu 18 miesięcy od daty wyprodukowania.

3. PAKOWANIE I PRZECHOWYWANIE

Siarczan hydroksyloaminy do celów fotograficznych należy pakować, znakować i przechowywać zgodnie z PN/C-80001. Jako opakowania należy używać:

- dla opakowań jednostkowych - słoiki gwintowane ze szkła oranżowego, z nakrętką, pojemności 1000, 2000 i 5000 g,
- dla opakowań zbiorczych - skrzynie drewniane, do których pakuje się słoiki owiniete tekturą falistą i przekładane wełną drzewną wg PN-58/D-94000.

Na życzenie odbiorców dopuszcza się inny rodzaj i wielkość opakowania.

Zjednoczenie Przemysłu Włókien Sztucznych
Ustanowiona przez Dyrektora Zjednoczenia Przemysłu Włókien Sztucznych dnia 20 grudnia 1965 r.
jako norma obowiązująca w zakresie produkcji i obrotu od dnia 1 stycznia 1967 r.
(Mon. Pol. nr 44/1966 poz. 224)

4. BADANIA

4.1. Pobieranie próbek. Próbki należy pobierać zgodnie z PN/C-80047. Masa średniej próbki laboratoryjnej powinna wynosić co najmniej 200 g.

4.2. Opis badań4.2.1. Sprawdzanie tożsamości4.2.1.1. Odczynniki i roztwory

- a) Siarczan amonowy cz.d.a., 3-procentowy roztwór wodny.
- b) Amoniak cz.d.a., 25-procentowy roztwór wodny.
- c) Chlorek barowy cz.d.a., 2n roztwór wodny.

4.2.1.2. Wykonanie

a) 1 g badanego siarczanu hydroksyloaminy rozpuścić w 25 ml wody destylowanej. Do 3 ml roztworu dodać 2 krople 3-procentowego roztworu wodnego siarczanu amonowego oraz 3 ml 25-procentowego roztworu wodnego amoniaku i wymieszać. Mieszanina powinna zabarwić się na purpurowo.

b) 5 ml otrzymanego jak w a) roztworu siarczanu hydroksyloaminy zmieszać z 2 ml 2n roztworu wodnego chlorku barowego. Powinien natychmiast wydzielić się biały osad nierozpuszczalny w kwasach i zasadach.

4.2.2. Oznaczanie zawartości siarczanu hydroksyloaminy4.2.2.1. Odczynniki i roztwory

- a) Ałun żelazowo-amonowy cz.d.a. 25-procentowy roztwór wodny.
- b) Kwas siarkowy cz.d.a. (1.84), rozcieńczony wodą destylowaną w stosunku 1:4.
- c) Nadmanganian potasowy cz.d.a., 0,1n roztwór wodny.

4.2.2.2. Wykonanie oznaczania. Odważyć około 1 g badanego siarczanu hydroksyloaminy z dokładnością do 0,0002 g, rozpuścić w wodzie destylowanej w kolbie pomiarowej pojemności 250 ml, dopełnić wodą do kreski i wymieszać. Pobrać pipetą 25 ml roztworu, przenieść do kolby stożkowej pojemności 500 ml, dodać 20 ml roztworu ałunu, 10 ml kwasu siarkowego i ogrzać do wrzenia przez 6 min. Następnie dodać 250 ml przegotowanej zimnej wody destylowanej i miareczkować roztworem nadmanganianu potasowego do wyraźnego zabarwienia. Zawartość siarczanu hydroksyloaminy (X_1) obliczyć w procentach wg wzoru

$$X_1 = \frac{V \cdot 0,004104 \cdot 10 \cdot 100}{m} = \frac{V \cdot 4,104}{m}$$

w którym:

V - objętość ściśle 0,1n roztworu nadmanganianu potasowego, ml,

m - odważka badanego siarczanu hydroksyloaminy g,

0,004104 - ilość siarczanu hydroksyloaminy odpowiadająca 1 ml ściśle 0,1n roztworu nadmanganianu potasowego, g.

4.2.2.3. Wynik. Za wynik należy przyjąć średnią arytmetyczną wyników dwóch oznaczeń różniących się między sobą nie więcej niż o 0,2%.

4.2.3. Oznaczanie zawartości substancji nierozpuszczalnych w wodzie

4.2.3.1. Wykonanie oznaczania. Odważyć około 20 g badanego siarczanu hydroksyloaminy z dokładnością do 0,01 g i rozpuścić w 200 ml wody destylowanej w parownicy porcelanowej na łaźni wodnej w ciągu 1 godz. Otrzymany roztwór przesączyć przez uprzednio wysuszony i zważony tygiel z filtrem ze spiekanego szkła G4, osad przemyć 100 ml gorącej wody destylowanej i suszyć w temperaturze 105°C do stałej masy.

Zawartość substancji nierozpuszczalnych w wodzie (X_2) obliczyć w procentach wg wzoru

$$X_2 = \frac{(m_1 - m_2) \cdot 100}{m_3}$$

w którym:

- m_1 - masa sączka z osadem po wysuszeniu, g,
- m_2 - masa wysuszonego sączka przed sączeniem, g,
- m_3 - odważka badanego siarczanu hydroksyloaminy, g.

4.2.3.2. Wynik. Za wynik należy przyjąć średnią arytmetyczną wyników dwóch oznaczeń różniących się między sobą najwyżej o 0,001%.

4.2.4. Oznaczanie zawartości żelaza

4.2.4.1. Odczynniki i roztwory

- a) Kwas siarkowy cz.d.a. (1,11).
- b) Kwas azotowy cz.d.a. (1,4).
- c) Amoniak cz.d.a., 10-procentowy roztwór wodny.
- d) Kwas sulfosalicylowy, 10-procentowy roztwór wodny.
- e) Roztwór wzorcowy zawierający Fe^{3+} , przygotowany wg PN/C-06500 i rozcieńczony w stosunku 10:1000. 1 ml rozcieńczonego roztworu wzorcowego zawiera 0,01 mg Fe^{3+} .

4.2.4.2. Wykonanie oznaczania. Odważyć 1 g badanego siarczanu hydroksyloaminy z dokładnością do 0,001 g i rozpuścić w 10 ml wody destylowanej. Oddzielnie pobrać 5 ml kwasu azotowego, wlać do parownicy porcelanowej i ogrzać przez 3 ÷ 4 min na wrzącej łaźni wodnej. Następnie do kwasu wlać ostrożnie kroplami badany roztwór, wymieszać i odparować do sucha. Pozostałość rozpuścić w 25 ml wody destylowanej i przenieść ilościowo do kolby stożkowej pojemności 100 ml. Dodać 2 ml roztworu kwasu sulfosalicylowego, wymieszać, dodać 5 ml amoniaku, powtórnie wymieszać i przelać do cylindra Nesslera.

Oddzielnie przygotować roztwór porównawczy: 5 ml roztworu wzorcowego zawierającego Fe^{3+} rozcieńczyć wodą do objętości 25 ml, dodać 2 ml roztworu kwasu sulfosalicylowego, wymieszać, dodać 5 ml amoniaku, powtórnie wymieszać i przelać do drugiego cylindra Nesslera.

4.2.4.3. Wynik. Badany siarczan hydroksyloaminy odpowiada wymaganiom normy, jeżeli zabarwienie powstałe w roztworze nie będzie silniejsze niż zabarwienie roztworu porównawczego.

4.2.5. Oznaczanie zawartości metali ciężkich strąconych siarkowodorem. Odważyć 5 g badanego siarczanu hydroksyloaminy z dokładnością do 0,001 g, rozpuścić w 40 ml wody destylowanej i wykonać oznaczenie wg PN/C-04515. Roztwór porównawczy powinien zawierać 0,1 mg Pb^{2+} .

4.2.6. Oznaczanie zawartości soli amonowych

4.2.6.1. Odczynniki i roztwory

- a) Kwas azotowy cz.d.a. (1,4).
- b) Kwas siarkowy cz.d.a., roztwór 0,1n.
- c) Wodorotlenek sodowy cz.d.a., 20-procentowy roztwór wodny.
- d) Wodorotlenek sodowy cz.d.a., 0,1n roztwór wodny.
- e) Czerwień metylowa, 0,2-procentowy roztwór w 60-procentowym alkoholu etylowym.

4.2.6.2. Wykonanie oznaczania. Odważyć 2 g badanego siarczanu hydroksyloaminy z dokładnością do 0,01 g, wsypać do kolby pojemności 300 ml z dnem kulistym i wysoką szyjką, rozpuścić w 30 ml wody destylowanej, dodać 10 ml kwasu azotowego i ogrzać na

siatce azbestowej do zakończenia burzliwej reakcji. Następnie roztwór ochłodzić, kolbę zakorkować korkiem, w którym umieścić wkraplacz i chłodnicę z łapaczem kropel. Przez wkraplacz dodawać do kolby kroplami 20-procentowego roztworu wodorotlenku sodowego do reakcji alkalicznej na papierek lakmusowy, po czym dodać jeszcze 10 ml tego samego roztworu (ogółem około 70 ml roztworu wodorotlenku sodowego).

Przygotować odbieralnik skalowany zawierający 25 ml 0,1n roztworu kwasu siarkowego i 2 krople roztworu czerwieni metylowej i oddestylować do niego z kolby 70 ml cieczy. Nadmiar kwasu odmiareczkować 0,1n roztworem wodorotlenku sodowego.

Zawartość soli amonowych w przeliczeniu na $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$ (X_3) obliczyć w procentach wg wzoru

$$X_3 = \frac{(25 - V) \cdot 0,00661 \cdot 100}{G} = \frac{(25 - V) \cdot 0,661}{G}$$

w którym:

V - objętość ściśle 0,1n roztworu wodorotlenku sodowego zużytego do miareczkowania, ml,

G - odważka badanego siarczanu hydroksyloaminy, g.

0,00661 - ilość siarczanu hydroksyloaminy odpowiadająca 1 ml ściśle 0,1n roztworu kwasu siarkowego, g.

4.2.6.3. Wynik. Za wynik należy przyjąć średnią arytmetyczną wyników dwóch oznaczeń różniących się między sobą nie więcej niż o 0,005%.

K O N I E C

BIBLIOTEKA GŁÓWNA
Politechniki Warszawskiej

BN. 001907



400000000338805