



中华人民共和国国家标准

GB 9864—88

胶片、相纸、乳剂、定影液、污水、 淤泥或残留物的银量测定方法

Method for determination of silver in photographic films,
papers, emulsions, fixing baths, effluents, sludges or residues

1988-09-20发布

1989-05-01实施

国家技术监督局 发布



050928072392

中华人民共和国国家标准

胶片、相纸、乳剂、定影液、污水、 淤泥或残留物的银量测定方法

UDC 771.5/.7
:543.06

GB 9864—88

Method for determination of silver in photographic films,
papers, emulsions, fixing baths, effluents, sludges or residues

1 主题内容与适用范围

本标准规定了各种感光材料及其制造、使用过程中产生的含银物料中银量的测定方法,包括原子吸收光谱测定法、碘化钾电位滴定法和硫代乙酰胺电位滴定法。

本标准适用于照相产品(胶片、相纸等),乳剂、定影液、冲洗加工洗涤水、乳剂洗涤水、污水、银泥、残留物、树脂和金属中银量的测定。

2 引用标准

GB 9723 火焰原子吸收光谱法通则

GB 9725 电位滴定法通则

3 方法提要

3.1 原子吸收光谱测定法

试样经浸煮处理,适当稀释后进行火焰原子吸收光谱测定;若溶液试样不混浊可不经浸煮处理。适用于分析微量银。

3.2 碘化钾电位滴定法

试样经浸煮处理后用碘化钾溶液电位滴定。适用于胶片、相纸、乳剂、定影液、冲洗加工洗涤水、乳剂洗涤水、污水、银泥、残留物、树脂和金属银量的测定。

3.3 硫代乙酰胺电位滴定法

试样中加入硫代硫酸钠溶液、明胶溶液和 EDTA 溶液,然后用硫代乙酰胺溶液滴定。适用于胶片、相纸、不混浊的定影液和冲洗加工洗涤水、乳剂以及乳剂洗涤水银量的测定。

4 仪器和设备

4.1 通风量足够大的通风橱。

4.2 原子吸收光谱仪。

4.3 银空心阴极灯。

4.4 pH 计或电位仪(能测到 1 mV)。

4.5 ZD-2型自动电位测定仪或相当的仪器。

4.6 硫化银电极(银离子选择电极)。

4.7 带有硝酸钾盐桥的饱和甘汞电极(217型甘汞电极)。

4.8 5 mL 或 10 mL 微量滴定管(或 25 mL 自动滴定管)。

4.9 50 mL 和100 mL K 氏烧瓶。

5 试剂

5.1 试剂纯度

5.1.1 试剂一般为分析纯,硝酸银为基准试剂,碘化钾为优级纯。

5.1.2 水为去离子水或蒸馏水。

5.2 试剂及其溶液

5.2.1 原子吸收和碘化钾电位滴定用试剂及其溶液

- a. 浓硫酸。
- b. 浓硝酸。
- c. 30%过氧化氢。
- d. 浓氢氧化铵。
- e. 冰乙酸。
- f. 硝酸钾、饱和硝酸钾溶液。
- g. 氯化钾、饱和氯化钾溶液。
- h. 硝酸银、0.1 N 和0.01 N 硝酸银标准滴定液,1.00 g/L 和100 mg/L 银标准溶液。
- i. 碘化钾、0.1 N、0.01 N 和0.001 N 碘化钾标准滴定液。

5.2.2 硫代乙酰胺电位滴定用试剂及其溶液

- a. 苯二甲酸氢钾、0.1 M 苯二甲酸氢钾溶液。
- b. 磷酸三钠、0.05 M 磷酸三钠溶液。
- c. 麝香草酚。
- d. 硫代乙酰胺、0.01 N 和0.001 N 硫代乙酰胺标准滴定液。
- e. 硫代硫酸钠、1%和24%硫代硫酸钠溶液。
- f. 氢氧化钠。
- g. 乙二胺四乙酸二钠(EDTA)、NaOH-EDTA 溶液。
- h. 明胶、0.4%明胶溶液。
- i. 硝酸钾、饱和硝酸钾溶液。
- j. 氯化钾、饱和氯化钾溶液。
- k. 溴化钾、0.02 N 溴化钾溶液。

6 取样

6.1 胶片和相纸

涂层必须均匀。精确切取一定面积的样品(用小冲床或裁切刀),一般取20~25 cm²。用原子吸收光谱测定时应尽量减小面积,以免稀释倍数过高引起的误差。

6.2 乳剂

如卤化银颗粒在乳剂冻块中分布均匀,则称量冻块乳剂;否则须将乳剂融化后边搅拌边取样。水洗乳剂一般称取0.5 g 以下,水洗后乳剂一般称取1 g 以下。

6.3 定影液

搅拌混合后取样。若定影液混浊或有沉淀物,须边搅拌边取样,一般取1 mL 或更多。

6.4 银泥、残留物、离子交换树脂和金属

这些材料含固体量高,通常都是不均匀的。须采取适当步骤使样品具有代表性。这些步骤包括多点取样和增大取样量。样品量大,经浸煮 B 处理后须稀释,这样将提供一个比较有代表性的样品,一般称量0.5 g 或更多。