



中华人民共和国国家标准

GB/T 9864—2008
代替 GB/T 9864—1988

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

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

目 次

前言	I
引言	II
1 范围	1
2 规范性引用文件	1
3 原理	1
4 准确度	2
5 安全和操作预防措施	2
6 采样和样品预处理	3
7 试剂和材料	9
8 试样准备	10
9 原子吸收光谱分析法(AAS)	12
10 碘化物电位滴定分析(PT)	13
附录 A (规范性附录) 试剂溶液的制备	16
参考文献	19

前 言

本标准等同采用美国国家标准 ANSI/PIMA IT4.42:1998《摄影加工过程——银量的测定》(英文版)。本标准等同翻译 ANSI/PIMA IT4.42:1998。

本标准的技术内容和编写格式与 ANSI/PIMA IT4.42:1998 保持一致,为便于使用,本标准做了下列编辑性修改:

- a) 为了与原国家标准名称一致而改变标准名称;
- b) 删除 ANSI/PIMA IT4.42:1998 的前言,改为本标准的前言;将引言直接翻译作为本标准的引言;
- c) 用 GB/T 1.1—2000 规定的规范性引用文件的引导语代替 ANSI/PIMA IT4.42:1998 的规范性引用文件的引导语。

本标准修订并代替 GB/T 9864—1988《胶片、相纸、乳剂、定影液、污水、淤泥或残留物的银量测定方法》。

本标准与 GB/T 9864—1988 相比,主要变化如下:

- 按 GB/T 1.1—2000 的要求编写范围及规范性引用文件;
- 增加了原理、准确度、安全和操作预防措施等内容(本版第 3 章、第 4 章、第 5 章,1988 年版第 3 章“方法提要”);
- 修订了采样、样品保存和处理、结果计算等过程(本版第 6 章、第 8 章、第 9 章、第 10 章,1988 年版第 6 章、第 7 章、第 8 章);
- 删除了硫代乙酰胺电位滴定法(1988 年版 8.3);
- 删除了附录 B。

本标准附录 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。

本标准主要起草人:曹永丽、冯军。

本标准所代替标准历次版本发布情况为:

- GB/T 9864—1988。

引 言

就产品质量来说,黑白或彩色胶片、相纸中少量未被还原和未被定影的银,是对其在高温、潮湿和辐射等各种条件下的稳定性起作用的因素。对彩色产品,未被还原和未被定影的微量银盐以及未漂白和未定影的银,对染料影像造成了不必要的灰雾密度。

当然定影液中的银含量从经济和质量的角度来看也很重要。是定影液循环使用所必需的。就银回收而言,淤泥、残留物、报废的相纸和胶片中的含银量价值巨大。另外在评估未加工的、部分加工和完全加工的产品时,知道银含量是必要的。

常规的样品保存技术对感光材料样品不适合。在冲洗加工的溶液中,银通常以可溶性的硫酸盐形式存在。分析废液样品的重金属时,一般用硝酸来稳定,但硝酸能氧化硫酸盐引起银沉淀。在缺乏硝酸时,废液中的其他成分甚至与银的络合物相互作用,生成一种包含各种可溶性和不溶性银的不稳定的系统。碘化氰溶液是使摄影废液中的银保持可溶性和稳定性最有效的试剂¹⁾。碘化氰溶液同样可用于分析其他摄影加工过程中产生的样品(淤泥、残留物等)。

需要提醒的是,本标准方法可用于分析金属银。但是这些方法对于通常使用火法试金的贵金属商人不能作为仲裁方法。贵金属的采样应更小心地处理,以保证采集有代表性的典型样品。

本标准包括火焰原子吸收光谱法(AAS)²⁾和碘化物的电位滴定法(PT)两种分析方法。方法中提供了样品保存和处理的方法。

样品一旦被碘化氰溶液固定,通常采用AAS法分析样品。而碘化物滴定法要求消化来溶解银,并去除伴随着浓缩样品的煮沸步骤(消化处理A)带来的干扰因素。

推荐用盐酸的标准消解方法不适用于银分析的样品制备。

1) 见参考文献[5]。

2) 仪器方法如:电感耦合等离子体发射光谱法(ICP)、直接等离子体发射光谱法(ICP)和X-射线荧光光谱法均可以使用。用户有责任建立其相关性。

胶片、相纸、乳剂、定影液、污水、 淤泥或残留物的银量测定方法

1 范围

本标准规定了各种摄影产品及其生产、加工过程中产生的银泥、残留物、冲洗加工溶液及废液中银量的测定方法,包括采样、样品保存和分析方法。

原子吸收光谱测定法(AAS)能直接用于许多类型的样品。消解法 A 适用于低盐分的废液和洗涤水,消解法 B 适用于胶片、相纸、淤泥、树脂及浓缩的加工废液。

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 通则(ISO 10349-1:2002, IDT)
 ISO 6353-1:1982 化学分析试剂 第1部分:一般试验方法
 ISO 6353-2:1983 化学分析试剂 第2部分:规范 第一系列
 ISO 6353-3:1987 化学分析试剂 第3部分:规范 第二系列

3 原理

3.1 火焰原子吸收光谱分析法(AAS)

银空心阴极灯加热时被激发,发射出包含银原子的紫外波段的光谱辐射。溶液中的银离子被吸入火焰中,当银灯发射出的光通过火焰时,银离子将按照比尔定律关系吸收银的光谱辐射见式(1):

$$c_{\text{Ag}} = k \cdot \lg(t/t_0) \quad \dots\dots\dots (1)$$

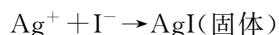
式中:

- c_{Ag} ——银离子的浓度;
 t ——光通过吸入样品的火焰后在特定波长的光强;
 t_0 ——光通过不含银的参比试样后,在特定波长的光强;
 k ——常数。

通常用建立校准曲线的方法来明确表示这种关系。

3.2 电位滴定分析法(PT)

用碘化物溶液滴定含银离子的溶液时,将按如下关系式形成碘化银沉淀:



无论是用银棒制成的银电极(10.1.2)还是用有适当参比电极的碘化物选择电极制成的银电极,在含有银离子的溶液中都产生电位。

过量的碘化物离子出现时,银离子浓度见式(2):

$$c_{\text{Ag}} = K_{\text{sp}}/c_1 \quad \dots\dots\dots (2)$$

式中:

- K_{sp} ——碘化银的溶度积;
 c_1 ——碘离子的浓度。