YS

中华人民共和国工业和信息化部　发布

**ICS**  77\_150\_99

**H** 62

201X-XX-XX实施

201X-XX-XX发布

照相用硝酸银

Silver nitrate for photograph

(讨论稿)

**YS/T** 476-XXXX

代替 YS/T 476-2005

中华人民共和国有色金属行业标准

前 言

本文件按照GB/T 1.1-2020《标准化工作导则 第一部分：标准化文件的结构和起草规则》的规则起草。

本文件代替YS/T 476-2005《照相用硝酸银》，与YS/T 476-2005相比，除结构调整和编辑性改动外，主要技术变化如下：

——更改了AgNO3含量的测定方法（见，2005年版的4.1）；

——更改了杂质元素的分析方法（见附录A，2005年版的附录A）；

——更改了盐酸不沉淀物的测定方法（见，2005年版的4.1）；

——更改了亚硝酸根的分析方法（见附录C，2005年版的附录C）。

本文件由中国有色金属工业协会提出。

本文件由全国有色金属标准化技术委员会（SAC/TC243）提出并归口。

本文件负责起草单位：金川集团股份有限公司、兰州金川科技园有限公司、甘肃精普检测有限公司、铜陵有色金属（集团）公司中科铜都粉体新材料股份有限公司、中船重工黄冈贵金属有限公司、北京有色金属研究总院、广东省科学院工业分析检测中心、河南桐柏鑫泓银制品有限公司。

本文件主要起草人： \*\*\*、\*\*\*、\*\*\*、\*\*\*、\*\*\*、\*\*\*、\*\*\*、\*\*\*、\*\*\*、\*\*\*、\*\*\*、\*\*\*

本文件及所代替标准或废止的文件的历次版本发布情况为：

——2005年首次发布为YS/T476—2005；

——本次为第一次修订。

照 相 用 硝 酸 银

1 范围

本文件规定了照相用硝酸银的分类、技术要求、试验方法、检验规则、标志、包装、运输、贮存及随行文件和订货单内容。

本文件适用于胶片行业用硝酸银。符合本文件的硝酸银也可用于电子行业、镀银、其他银盐、催化剂、医药用杀菌及防腐剂等。

2 规范性引用文件

下列文件中的内容通过文中的规范性引用而构成本文件必不可少的条款。其中，注日期的引用文件，仅该日期对应的版本适用于本文件，不注日期的引用文件，其最新版本（包括所有的修改单）适用于本文件。

GB /T 602 化学试剂 杂质测定用标准溶液的制备

GB /T 603 化学试剂 试验方法中所用制剂及制品的制备

GB /T 619 化学试剂 采样及验收规则

GB /T 670 化学试剂 硝酸银

GB /T 6682 分析实验室用水规格和试验方法

GB /T 8170 数据修约规则与极限数值的表述和判断

GB/T 9725 化学试剂 电位滴定法通则

GB /T 6041 质谱分析方法通则

HG / T 3484 化学试剂 澄清度标准的制备及测定方法

3 分类（和标记）

产品按化学成分分为三个牌号:一级、二级、三级。

4 技术要求

4.1 产品分类

照相用硝酸银按化学成分分为三个等级:一级、二级、三级。

4.2 化学成分

产品的化学成分应符合表 1的规定。

表1 照 相 用 硝 酸 银 的 化 学 成 分

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
| 名称 | 化学成分(质量分数)/% | | |
| 一级 | 二级 | 三级 |
| AgN03 | ≥99.8 | ≥99.8 | ≥99.8 |
| 水不溶物 | ≤0.003 | ≤0.003 | ≤0.003 |
| 氯化物 | ≤0.0005 | ≤0.0005 | ≤0.0005 |
| 硫酸盐 | ≤0.002 | ≤0.002 | ≤0.004 |
| 盐酸不沉淀物 | ≤0.005 | ≤0.005 | ≤0.02 |
| NO2- | ≤0.0001 | ≤0.0001 | ≤0.0001 |
| Cu | ≤0.00001 | ≤0.00005 | ≤0.0003 |
| Fe | ≤0.00001 | ≤0.00004 | ≤0.0001 |
| Pb | ≤0.00001 | ≤0.00005 | ≤0.0003 |
| Bi | ≤0.00001 | ≤0.00002 | ≤0.0001 |
| Au | ≤0.00001 | ≤0.00001 | - |
| Pd | ≤0.00001 | ≤0.00001 | - |
| Pt | ≤0.00001 | ≤0.00001 | - |
| Rh | ≤0.00001 | ≤0.00001 | - |
| Ir | ≤0.00001 | ≤0.00001 | - |
| Ni | ≤0.00001 | ≤0.00004 | - |
| Mn | ≤0.00001 | ≤0.00004 | - |
| Cd | ≤0.00001 | ≤0.00004 | - |
| Cr | ≤0.00001 | ≤0.00004 | - |
| Sn | ≤0.00001 | ≤0.00004 | - |
| Hg | ≤0.000003 | ≤0.000003 | - |

4.3 外观质量

产品应为无色透明结晶体或白色粉末，不得有可见夹杂物。

4.4 澄清度

澄清度应不大于HG/T 3484中规定的澄清度标准2号。

4.5 水溶液反应

水溶液反应所呈红色不得深于pH5.0标准溶液，或所呈黄色不得深于pH6.0标准溶液。

4.6 银氨溶液反应

反应后溶液颜色应为无色透明(可允许有微量不溶物)。

5 试验方法

5.1 AgNO3含量

5.1.1 银标准溶液（0.10mol/L）

称取10.7868g金属银（*𝜔Ag* ≥99.99％），精确至0.0001g，置于250mL烧杯中，加40mL硝酸（1+1），盖上表面皿，加热至完全溶解，赶尽氮氧化物，取下，冷却至室温，用水冲洗表面皿及烧杯壁，将溶液转入1000mL棕色容量瓶中，以水稀释至刻度，混匀，避光保存。

5.1.2 氯化钠标准滴定溶液(≈0.2 mol/L)

称取11.6880g氯化钠（高纯），用水溶解后，稀释至1000mL容量瓶中，以水稀释至刻度，混匀。

5.1.3 氯化钠标准滴定溶液的标定

移取50.00mL银标准溶液（5.1.1）于100mL烧杯中，插入银电极，开动电磁搅拌器，用氯化钠标准滴定溶液（5.1.2）滴定至电位突跃最大即为终点。平行标定所消耗的氯化钠标准滴定溶液体积的极差不应超过0.05mL，取其平均值。

按式（1）计算氯化钠标准滴定溶液的实际浓度：

(1)

式中：

C——氯化钠标准滴定溶液的实际浓度，单位为摩尔每升（mol/L）;

C1——银标准溶液的摩尔浓度，单位为摩尔每升（mol/L）；

V1——移取银标准溶液的体积，单位为毫升（mL）；

V2——标定时，滴定银标准溶液所消耗的氯化钠标准滴定溶液的体积，单位为毫升（mL）。

5.1.4 样品测定

称取0.5g样品，精确至0.0001g，溶于100ml水中，加入2mL硝酸(1+1)，插入银电极，开动电磁搅拌器，用氯化钠标准滴定溶液（5.1.2）滴定至电位突跃最大即为终点。平行测定两次。

5.1.5 分析结果的计算

按式（2）计算硝酸银的质量分数ω，数值以“%”表示，按下式计算：

………………………………………………（2）

式中：

C——氯化钠标准滴定溶液浓度的准确数值，单位为摩尔每升（mol/L）；

V——滴定样品时消耗的氯化钠标准滴定溶液的体积，单位为毫升（mL）；

169.87——硝酸银摩尔质量的数值，单位为克每摩尔（g/mol）[M(AgNO3=169.87]；

m——称取样品的质量，单位为克（g）。

计算结果保留两位有效数字，取两次平行测定结果平均值。

5.2 盐酸不沉淀物

称取25g样品，溶于水，加入4mL硝酸溶液（25%），稀释至400mL，煮沸，在搅拌下滴加25mL盐酸溶液（50%），在水浴上加热，继续搅拌，直至沉淀形成较大凝乳状颗粒。于暗处放置2h，稀释至500mL，定量慢速滤纸过滤，取400mL在1000mL烧杯中蒸至小体积，转移至在（105±2）℃恒重的小玻璃蒸发皿m1中蒸干，于（105±2）℃的电烘箱中干燥至恒量m2，同时做空白实验。

5.3 照相用硝酸银的水不溶物、氯化物、硫酸盐、澄清度试验、水溶液反应分析方法按GB/T 670进行。

5.4 照相用硝酸银的金属杂质分析按附录A的方法进行。

5.5 照相用硝酸银的NO2-检测按附录B方法进行。

5.6 银氨溶液反应

称取68g硝酸银试样加水溶解，加氨水60m L，加21g硝酸铵，再加32g硝酸银，溶解后加水稀释至390 mL，混均，于室温下避光密闭放置4个小时后观察溶液情况。

5.7 外观质量用目视检查。

6 检验规则

6.1 检查与验收

6.1.1 产品应由供方或第三方进行检验，保证产品符合本文件及订货单的规定。

6.1.2 需方可对收到的产品按本文件的规定进行检验。如检验结果与本文件及订货单的规定不符时，应以书面形式向供方提出，由供需双方协商解决。属于外观质量的异议，应在收到产品之日起15天内提出；属于试验质量的异议，应在收到产品之日起三个月内提出.如需仲裁，应由供需双方在需方共同取样或协商确定。

6.2 组批

照相用硝酸银应成批提交验收，每批由同一牌号、同一工艺生产组成，每批质量不少于300Kg。

6.3 检验项目

每批产品均应进行化学成分、外观质量、澄清度、水溶液反应、银氨溶液反应的检验。需方对放射性有要求，并在订货单中注明时，还应对产品的放射性进行检验。

6.4 取样和制样

每批产品出厂前应进行各项性能指标的检验，检验项目及取样应符合表2的规定。供方也可根据产品情况采用定期检测或抽检的方式，但供方应保证产品符合本标准的质量要求。

表2 检验项目及取样规定

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
| 检验项目 | 取样规定 | 要求章条号 | 检验方法的章条号 |
| 化学成分 | GB/T 619 | 4.2 | 5.1、5.2、5.4、5.5 |
| 外观质量 | 4.3 | 5.7 |
| 澄清度 | 4.4 | 5.3 |
| 水溶液反应 | 4.5 | 5.3 |
| 银氨溶液反应 | 4.6 | 5.6 |

5.4 检验结果的判定

5.4. 1 化学成分分析结果不符合本标准规定时，判该批不合格。

5.4.2 外观质量不符合本标准规定时，判该批不合格。

5.4.3 澄清度试验不符合本标准规定时，判该批不合格。

5.4.4 水溶液反应不符合本标准规定时，判该批不合格。

5.4.5 银氨溶液反应不符合本标准规定时，判该批不合格。

6 标志、包装、运输、贮存及随行文件

6.1 产品标志

硝酸银产品应包装成桶，每桶产品外包装上应注明：

a）供方名称、联系方式；

b）产品名称、牌号；

c）批号；

d）净重；

e）包装日期；

f）本标准编号。

6.2 包装标志

内包装为双层塑料袋，内层为白色，外层为黑色，袋口密封；每袋净重5000g 士2g。外包装以硬质塑料桶封装，每桶净重20kg。若需方对包装形式另有要求时，由供需双方协商进行。

6.3 包装、运输、贮存

运输过程中要防止日晒、雨淋；小心轻放，严防剧烈震动，撞击，防止包装破损。不得与腐蚀性化学品及潮湿性材料混运。

硝酸银应贮存在避光、阴凉干燥的库房内，以免露光和潮解；不得与腐蚀性化学品及潮湿性材料共贮存。

6.4 随行文件

每批产品应附有随行文件，其中除应包括供方信息、产品信息、本文件编号、出厂日期或包装日期外，还宜包括：

a) 供方名称、地址、联系方式、传真；

b) 产品名称和等级、牌号；

c) 批号、桶数；

d) 批重；

e）分析检测结果及技术监督部门印记；

f）包装日期；

g）本标准编号。

7 订货单内容

订货单（或合同）应包含以下内容：

a) 产品名称；

b) 牌号；

c) 净重和件数；

d) 本文件编号；

e) 其他。

**附 录 A**

**(资料性附录)**

**硝酸银金属杂质分析方法 电感耦合等离子质谱法**

**A.1 范围**

本方法适用于硝酸银中金属杂质含量的测定。测定范围在 0.000001% ～0.0005%。

**A. 2 方法提要**

试料以水溶解后，用盐酸在加热条件下沉淀分离银基体，采用电感耦合等离子体质谱法测铬、锰、铁、镍、铜、铑、钯、镉、锡、铱、铂、金、铅、铋的含量。

**A.3 试剂和材料**

A.3.1 除非另有说明，在分析中仅使用确认为优级纯的试剂和GB/T 6682中所规定的一级水。

A.3.2 杂质测定用标准贮存溶液的制备按GB/T 602进行，所用制剂及制品的制备按GB/T 603进行。

A.3.3 盐酸（ρ1.19g/mL）；

A.3.4 盐酸（1+1）；

A.3.5 盐酸（2+98）；

A.3.6 硝酸（ρ1.42g/mL）；

A.3.7 硝酸（1+1）；

A.3.8 混合标准溶液1：分别移取5.00mL铬、锰、铁、镍、铜、镉、锡、铅、铋标准贮存溶液（1000ug/mL）于100mL容量瓶中,补加10mL硝酸（A.3.7），用水稀释至刻度，混匀（A.3.8.1）；移取5.00mL上述溶液（A.3.8.1）于100mL容量瓶中，补加10mL硝酸（A.3.7），用水稀释至刻度，混匀（A.3.8.2）；再移取10.00mL上述溶液（A.3.8.2）于250mL容量瓶中，补加25mL硝酸（A.3.7），用水稀释至刻度，混匀。此溶液1mL分别含铬、锰、铁、镍、铜、镉、锡、铅、铋各0.1ug。

A.3.9 混合标准溶液2：分别移取5.00mL铑、钯、铱、铂标准贮存溶液（1000ug/mL）于100mL容量瓶中,补加10mL硝酸（A.3.7），用水稀释至刻度，混匀（A.3.9.1）；移取5.00mL上述溶液（A.3.9.1）于100mL容量瓶中，补加10mL硝酸（A.3.7），用水稀释至刻度，混匀（A.3.9.2）；再移取10.00mL上述溶液（A.3.9.2）于100烧杯中，加入5mL硝酸煮至小体积（反复3次），移入250mL容量瓶中，补加25mL硝酸（A.3.7），用水稀释至刻度，混匀。此溶液1mL分别含铑、钯、铱、铂各0.1ug。

A.3.10 金标准溶液：移取5.00mL金标准贮存溶液（1000ug/mL）于100mL容量瓶中,补加10mL盐酸（A.3.4），用水稀释至刻度，混匀（A.3.10.1）；移取5.00mL上述溶液（A.3.10.1）于100mL容量瓶中，补加10mL盐酸（A.3.4），用水稀释至刻度，混匀（A.3.10.2）；再移取10.00mL上述溶液（A.3.10.2）于250mL容量瓶中，补加25mL盐酸（A.3.4），用水稀释至刻度，混匀。此溶液1mL含金0.1ug。

A.3.11 内标溶液：移取5.00mL铯标准贮存溶液（1000ug/mL）于500mL容量瓶中,补加50mL硝酸（A.3.7），用水稀释至刻度，混匀，再移取10.00mL上述溶液于100mL容量瓶中，补加10mL硝酸（A.3.7），用水稀释至刻度，混匀。此溶液1mL含铯1ug。

A.3.12 材料:高纯氩气(>99.996%)。

A.3.13 材料:高纯氦气(>99.999%)。

**A. 4 仪器、设备**

电感耦合等离子体质谱仪，其特性应满足GB/T6041相关要求。

**A. 5 分析步骤**

A.5.1工作曲线的绘制的配置

A.5.1.1混合标准溶液1：在一组100mL容量瓶中，加入5mL硝酸（A.3.7），分别移取混合标准溶液（A.3.8）0mL、0.50mL、1.00mL、5.00mL、10.00mL、25.00mL、50.00mL，用水稀释至刻度，混匀，此溶液1L分别含铬、锰、铁、镍、铜、镉、锡、铅、铋各0ug、0.5ug、1ug、5ug、10ug、25ug、50ug。

A.5.1.2混合标准溶液2：在一组100mL容量瓶中，加入5mL硝酸（A.3.7）,分别移取混合标准溶液（A.3.9）0mL、0.50mL、1.00mL、5.00mL、10.00mL、25.00mL、50.00mL，用水稀释至刻度，混匀，此溶液1L分别含铑、钯、铱、铂各0ug、0.5ug、1ug、5ug、10ug、25ug、50ug。

A.5.1.3金标准溶液：在一组100mL容量瓶中，加入10mL盐酸（A.3.4）,分别移取标准溶液（A.3.10）0mL、0.50mL、1.00mL、5.00mL、10.00mL、25.00mL、50.00mL，用水稀释至刻度，混匀，此溶液1L含金各0ug、0.5ug、1ug、5ug、10ug、25ug、50ug。

A.5.1.4铯内标溶液：移取5.00mL铯标准溶液（A.3.11）于500mL容量瓶中,补加10mL硝酸（A.3.7），用水稀释至刻度，混匀。此溶液1L含铯10ug。

A.5.2试料

A.5.2.1测定铑、钯、镉、铱、铂、铅、铋

准确称取1g(精确至0.0001 g )硝酸银样品于石英烧杯中，加入20mL水溶解样品，加10mL硝酸（A.3.7）。将溶液加热至75℃，在不断搅拌下逐滴加入盐酸（A.3.4），至溶液刚好沉淀，保温半小时，定量慢速过滤于100ml容量瓶中，用温水洗涤烧杯及滤渣各三次，稀释至刻度，混匀，待测铑、钯、镉、铱、铂、铅、铋；

A.5.2.2测定铬、锰、铁、镍、铜、锡、金

准确称取1g(精确至0.0001 g )硝酸银样品于石英烧杯中，加入20mL水溶解样品，加10mL硝酸（A.3.7）。将溶液加热至75℃，在不断搅拌下逐滴加入盐酸（A.3.4），并过量2mL，保温半小时，定量慢速滤纸过滤于100ml容量瓶中，用盐酸（A.3.5）洗涤烧杯三次，用盐酸（A.3.5）稀释至刻度,混匀。待测铬、锰、铁、镍、铜、锡、金。

A.5.3测定

在仪器最佳工作条件下，铁以铯内标溶液（5.1.4）为内标，按表A.1在KED模式下测定其同位素的信号强度；铬、锰、镍、铜、铑、钯、镉、锡、铱、铂、金、铅、铋以铯内标溶液（5.1.4）为内标，按表A.1在普通模式下测定其同位素的信号强度。按内标法测定标准溶液和待测溶液的信号强度，各元素工作曲线相关系数均应≥0.999，,仪器自动给出试液的浓度。

表A.1 硝酸银分析元素质量数及模式

|  |  |  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 元素 | 质量数 | 模式 | 元素 | 质量数 | 模式 | 元素 | 质量数 | 模式 |
| Cr | 52 | 普通 | Pd | 105 | 普通 | Au | 197 | 普通 |
| Mn | 55 | 普通 | Cd | 111 | 普通 | Pb | 208 | 普通 |
| Ni | 60 | 普通 | Sn | 118 | 普通 | Bi | 209 | 普通 |
| Cu | 63 | 普通 | Ir | 193 | 普通 | Fe | 56 | KED |
| Rh | 103 | 普通 | Pt | 195 | 普通 | - | - |  |

**A.6实验数据处理**

按A.1式计算待测元素的质量分数，数值以%表示:

…………………………… (A.1）

式中:

—分别为铅、铋、镉、铬、钯、铂、铑、铱、铁、铜、铁、镍、锰、锡、金的质量分数，单位为百分含量（%）；

—空白溶液的质量浓度，单位为微克每升(ug/L)；

—试料溶液的质量浓度，单位为微克每升(ug/L)；

—试料的测定体积，单位为毫升（mL）；

—试料的质量，单位为克(g)。

分析结果小于0.00001时，计算结果保留至小数点后第六位，其余保留两位有效数字。

**A. 7 精密度**

**表A.2精密度**

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
| 元素 | 含量（%） | 室内绝对允许差（%） | 室间绝对允许差（%） |
| Cr | 0.000001-0.00001 |  |  |
| 0.00001-0.0001 |  |  |
| 0.0001-0.0005 |  |  |
| Mn | 0.000001-0.00001 |  |  |
| 0.00001-0.0001 |  |  |
| 0.0001-0.0005 |  |  |
| Fe | 0.000001-0.00001 |  |  |
| 0.00001-0.0001 |  |  |
| 0.0001-0.0005 |  |  |
| Ni | 0.000001-0.00001 |  |  |
| 0.00001-0.0001 |  |  |
| 0.0001-0.0005 |  |  |
| Cu | 0.000001-0.00001 |  |  |
| 0.00001-0.0001 |  |  |
| 0.0001-0.0005 |  |  |
| Rh | 0.000001-0.00001 |  |  |
| 0.00001-0.0001 |  |  |
| 0.0001-0.0005 |  |  |
| Pd | 0.000001-0.00001 |  |  |
| 0.00001-0.0001 |  |  |
| 0.0001-0.0005 |  |  |
| Cd | 0.000001-0.00001 |  |  |
| 0.00001-0.0001 |  |  |
| 0.0001-0.0005 |  |  |
| Sn | 0.000001-0.00001 |  |  |
| 0.00001-0.0001 |  |  |
| 0.0001-0.0005 |  |  |
| Ir | 0.000001-0.00001 |  |  |
| 0.00001-0.0001 |  |  |
| 0.0001-0.0005 |  |  |
| Pt | 0.000001-0.00001 |  |  |
| 0.00001-0.0001 |  |  |
| 0.0001-0.0005 |  |  |
| Au | 0.000001-0.00001 |  |  |
| 0.00001-0.0001 |  |  |
| 0.0001-0.0005 |  |  |
| Pb | 0.000001-0.00001 |  |  |
| 0.00001-0.0001 |  |  |
| 0.0001-0.0005 |  |  |
| Bi | 0.000001-0.00001 |  |  |
| 0.00001-0.0001 |  |  |
| 0.0001-0.0005 |  |  |

**附 录 B**

**(资料性附录)**

**硝酸银汞量分析方法 冷原子荧光法**

**B.1 范围**

本方法适用于硝酸银中汞含量的测定，测定范围在0.000001%~0.00001%**。**

**B.2 方法提要**

试料用水溶解后，以溴酸钾沉淀银，用氯化亚锡还原溶液中的汞并在冷原子荧光测汞仪上检测汞信号。

**B.3 试剂和材料**

B.3.1除非另有说明，在分析中仅使用确认为优级纯的实际和GB/T 6682中所规定的的一级水。

B.3.2 杂质测定用标准溶液的制备按GB/T 602进行，所用制剂及制品的制备按GB/T603进行。

B.3.3 材料：高纯氩气（99.999%）

**B.4 仪器、设备**

冷原子荧光测汞仪。

**B.5 分析步骤**

称取5g（精确至0.0001g）硝酸银样品，加少量水溶解后移入50mL容量瓶中，定容至刻度，用移液管准确量取10mL该溶液分别放入4至小烧杯中，加入2第10g/L重铬酸钾溶液，然后一份不加标准液，二、三、四份分别加入汞的标准溶液系列。

取15mL饱和溴酸钾溶液放入50mL烧杯中，溶液在搅拌情况下加热到80℃，逐滴加入上述的硝酸银溶液，一直搅拌至溶液透明为止，静置冷却至25℃，然后将溶液倒入25mL容量瓶中，用水洗涤沉淀3次，将清液倒入容量瓶并补加水至刻度。

量取100g/L氯化亚锡溶液3.5mL放入反应器中，接通氩气将溶液及通路中空气赶走，待录仪回极限后，关通气阀，用注射器注入0.5mL样品，摇动半分钟，接通氩气并记录峰高值，以峰高值对不同汞量作图，反向延长直线与横坐标交点求得硝酸银中汞的含量。

分析结果案B.1式计算汞的质量分数（%）：

……………………………………………………………（B.1）

式中：

C-样品中被测元素浓度，单位为微克/升(ug/L) ;

V—样品溶液的体积，单位为毫升(mL) ;

m—单份样品的质量，单位为克(g)。

**B.6 精密度**

|  |  |  |
| --- | --- | --- |
| 汞含量 | 室内绝对允许差 | 室间绝对允许差 |
| 0.000001%~0.00001% | 0.0000003% | 0.0000009% |

**附 录 C**

**(资料性附录)**

**硝酸银中NO2-的分析方法 目视比色法**

**C.1 范围**

本方法适用于硝酸银中NO2—含量的测定，测定范围：≤0.0001%**。**

**C.2 方法提要**

NO2—能与葛利斯试剂反应使溶液呈粉红色，溶液颜色的深度与溶液中NO2—浓度成比例关系，可用以鉴定溶液中NO2—的含量。

**C.3 试剂和材料**

C.3.1除非另有说明，在分析中仅使用却认为优级纯的实际和GB/T 6682中所规定的的一级水。

C.3.2 杂质测定用标准溶液的制备按GB/T602进行，所用制剂及制品的制备按GB/T603进行。

C.3.3 葛利斯试剂：

溶液Ⅰ：称取0.1g甲萘胺，加100mL水，煮沸使其溶解，冷却，加3mL乙酸，摇匀，贮存于棕色瓶中；

溶液Ⅱ：称取1g无水对氨基苯磺酸，溶于水，稀释至100mL；

使用时将溶液Ⅰ与溶液Ⅱ按同体积混合。

**C.4 分析步骤**

称取5g（精确至0.0001g）硝酸银样品置于50mL烧杯中，加10mL水溶解，加20g/L氯化钠溶液20mL，搅拌5~10min，然后过滤到100mL比色管中，沉淀用水冲洗数次，并一起过滤到比色管中，加2mL葛利斯试剂，摇匀，放置10分钟，溶液所呈粉红色不得深于标准。

标准是取5.00mL亚硝酸盐（1.00 ug/mL）比色标准溶液，置于比色管中，加水稀释至上述试样加葛利斯试剂前的同体积，之后与试样同时同样处理。