

发布

国家市场监督管理总局

中国国家标准化管理委员会

××××-××-××实施

××××-××-××发布

**贵金属合金电镀废水化学分析方法**

**第1部分：金、银、铂、钯、铱含量的测定**

**电感耦合等离子体原子发射光谱法**

Methods for chemical analysis of precious metals alloys electroplating wastewater—

Part 1：Determination of Au 、Ag、Pt、Pd、Ir contents—

Inductively coupled plasma-atomic emission spectrometry

**(讨论稿)**

GB/T ××××—××××

中华人民共和国国家标准

ICS 13.060.99

CCS Z 23

1. 前 言

本文件按照GB/T 1.1-2020《标准化工作导则第1 部分：标准化文件的结构和起草规则》的规定起草。

本文件是GB/T ××××《贵金属合金电镀废水化学分析方法》的第1部分：

——第1部分：金、银、铂、钯、铱含量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法；

——第2部分：锌、锰、铬、镉、铅、铁、铝、镍、铜、铍含量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法；

——第3部分：硫酸盐含量的测定 硫酸钡重量法；

——第4部分：氯离子含量的测定 氯化银浊度法。

请注意本文件的某些内容可能涉及专利。本文件的发布机构不承担识别专利的责任。

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/TC 243）归口。

本文件起草单位：山东辰远检测服务有限公司、山东梦金园珠宝首饰有限公司….

本部分主要起草人：XXX、XXX、XXX。

**贵金属合金电镀废水化学分析方法**

**第1部分：金、银、铂、钯、铱含量的测定**

**电感耦合等离子体原子发射光谱法**

**警示——使用本文件的人员应当有正规实验室工作的实践经验。本文件并未指出所有可能的安全问题。使用者有责任采取适当的安全和健康措施，并保证符合国家有关法规规定的条件。**

1 范围

本文件规定了以黄金电镀以及首饰加工产生的废水（如镀件漂洗水、废槽液、设备冷却水和冲洗首饰、地面水等混合水的贵金属废水）中金、银、铂、钯、铱的质量浓度的测定方法。

本文件适用于以黄金电镀以及首饰加工产生的废水（如镀件漂洗水、废槽液、设备冷却水和冲洗首饰、地面水等混合水的贵金属废水）中金、银、铂、钯、铱的质量浓度的测定方法。各元素测定范围见表 1 。

表 1 各元素测定范围

|  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 元素 | 测定范围  mg/mL | 元素 | 测定范围  mg/mL | 元素 | 测定范围  mg/mL |
| Ag | 0.0001~0.1000 | Ir | 0.0001~0.1000 | Pt | 0.0001~0.1000 |
| Au | 0.0001~0.1000 | Pd | 0.0001~0.1000 | — | **—** |

2 规范性引用文件

本文件没有规范性引用文件。

3 术语和定义

本文件没有需要界定的术语和定义。

4 原理

准确移取适量电镀废水，经高氯酸分解有机物后，用新配制的1+1王水溶解，在盐酸、硝酸介质中，用电感耦合等离子体光谱法测定贵金属合金电镀废水中金、银、铂、钯、铱量的质量浓度。

5 试剂或材料

除非另有说明，在分析中仅使用确认为分析纯的试剂和实验室二级水。

5.1 氯化钠。

5.2 高氯酸

5.3 硝酸：质量分数为68%～70%，ρ=1.43g/mL。

5.4 盐酸：质量分数为36%～38%，ρ=1.19g/mL。

5.5 硝酸（1+2）：1体积硝酸（5.3）和2体积水混匀，用时现配。

5.6 盐酸（1+9）：1体积盐酸（5.4）和9体积水混匀，用时现配。

5.7 混合酸1：1体积硝酸（5.3）和3体积盐酸（5.4）混匀，用时现配。

5.8 混合酸2：1体积混合酸1（5.7）和1体积水混匀，用时现配。

5.9 金标准贮存溶液：称取0.1000g金属金（ωAu≥99.99%）于100mL烧杯中，加入10mL混合酸1（5.7），盖上表面皿，在电热板上加热至全部溶解后，冲洗并移去表面皿，冷却后移入100mL容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀，此溶液1mL含1mg金。

5.10 银标准贮存溶液：称取1.0000g金属银（ωAg≥99.99%）于150mL烧杯中，加入60mL硝酸（5.5），盖上表面皿，加热溶解，冷却，移入1000mL棕色容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀，此溶液1mL含1mg银。

5.11 铂标准贮存溶液：称取0.1000g金属铂（ωPt≥99.99%）于100mL烧杯中，加入10mL混合酸1（5.7），盖上表面皿，在电热板上加热至全部溶解后，冲洗并移去表面皿，加入0.1g氯化钠（5.1），在水浴上蒸干。加入10mL盐酸（5.4）和20mL水，加热溶解，冷却后移入100mL容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀，此溶液1mL含1mg铂。

5.12 钯标准贮存溶液：称取0.1000g金属钯（ωPd≥99.99%）于100mL烧杯中，加入10mL混合酸1（5.7），盖上表面皿，在电热板上加热至全部溶解后，冲洗并移去表面皿，加入0.1g氯化钠（5.1），在水浴上蒸干。加入10mL盐酸（5.4）和20mL水，加热溶解，冷却后移入100mL容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀，此溶液1mL含1mg钯。

5.13 铱标准贮存溶液：称取0.2294g氯铱酸铵（光谱纯）于100mL烧杯中，加入20mL盐酸溶液（5.6），低温加热溶解，冷却至室温，移入100mL容量瓶中，用盐酸溶液（5.6）稀释至刻度线，混匀。此溶液1mL含1mg铱。

5.14 混合标准溶液1:10mg/L ：分别移取5.9-5.13标准溶液1mL，以水定容到100mL。

5.15 氩气（体积分数≥99.999%）

6 仪器设备

电感耦合等离子体原子发射光谱仪（ICP光谱仪）：

——具有固定或扫描通道，相关元素的光学分辨率为0.02nm检测限不低于0.05mg/L，具有背景校正功能。仪器在的最佳工作条件下，用1.0mg/L的铜标准溶液测量11次，其光强度的相对标准偏差不超过2.5%。

贵金属合金电镀废水中测试元素推荐分析谱线波长见表2。

表 2 贵金属合金电镀废水中测试元素推荐分析谱线波长

|  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 元素 | Ag | Au | Ir | Pd | Pt |
| 推荐波长  nm | 328.068 | 242.794 | 212.681 | 340.458 | 214.424 |
| 338.289 | 267.594 | 236.804 | 360.955 | 299.796 |

7 样品

样品储存于塑料瓶中备用。

8 试验步骤

**警示——试料处理过程中使用高温设备，谨防烫伤，注意安全。**

8.1 试料

用移液枪按表3所示分档准确移取试料，精确到0.005mL。

表 3 试料分取表

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
| 元素 | 浓度范围  mg/mL | 取样体积  mL | 总稀释倍数 |
| Au | 0.0001~0.0050 | 100 | 1 |
| Ag |
| Pt |
| Pd |
| Ir |
| Au | 0.0050~0.0500 | 10 | 10 |
| Ag |
| Pt |
| Pd |
| Ir |
| Au | 0.0500~0.1000 | 5 | 20 |
| Ag |
| Pt |
| Pd |
| Ir |

8.2 平行实验

独立进行两次测定，取其平均值。

8.3 空白实验

随同试料做空白试验。

8.4 标准曲线

8.4.1 从5.13溶液中用移液枪分别移取0mL、1 mL、2 mL、5 mL、10 mL 、20 mL、50 mL依次加入到7个100mL容量瓶中，以水定容，摇匀。对应浓度分别为0.0mg/L、0.1mg/L、0.2mg/L、0.5mg/L、1mg/L、2mg/L、5mg/L。

8.4.2 于电感耦合等离子体发射光谱仪上，在仪器运行稳定后，在选定的仪器工作条件下进行测定。以被测元素的强度为纵坐标，以被测元素的质量浓度为横坐标，绘制标准工作曲线。

8.5 测定

8.5.1按表3所示移取样品，加入5mL高氯酸（5.2），蒸至冒高氯酸烟，待高氯酸冒烟彻底冒干净后，取下稍冷，加入20mL水，加入10mL混合酸2（5.9），加热溶解样品，至盐类完全溶解，取下以水定容。

注：在试样溶液制备过程中若出现氯化银沉淀，可提高盐酸的浓度，直至无沉淀产生。同时也应该提高相应的标准系列的酸度，使其与试样保持试验一致性。

8.5.2使用于电感耦合等离子体发射光谱仪上，在仪器运行稳定后，在选定的仪器工作条件下进行测定。

8.5.3两次测试之间的冲洗时间应足够长，以保证每个元素的信号回到基线；测试时应保证每个溶液的稳定时间30s，积分时间5s，积分次数5次，计算净强度（背景校正）

8.5.4当试样中某元素的含量大于5.5mg/L时，建议当稀释一定倍数再次进行ICP光谱法进行检测。

9 实验数据处理

按式（1）计算被测元素的质量浓度，数值以mg/mL表示：

… … … … … … … … … … … … … … … …（1）

式中：

——元素i的浓度或元素i的检出限，单位为毫克每升mg/L；

——样品定容体积，单位为毫升mL；

——样品取样体积，单位为毫升mL；

计算结果保留至小数点后四位。

10 精密度

10.1 重复性

精密度数据是在2019年10月至2020年10月由3家实验室对各元素含量的3个不同水平样品进行共同试验确定的。每个实验室对每个水平的各元素含量在重复性条件下独立测定7次。测量的原始数据见表A.1。在重复性条件下获得的两次独立测试结果的测定值，在表3给出的平均值范围内，这两个测试结果的绝对差值不超过重复性限(r)，超过重复性限(r)的情况不超过5%。重复性限(r)按表4数据采用内插法或外延法求得。

表 4 重复性限

|  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 元素 | 浓度  mg/mL | 重复性(r)  % | 元素 | 浓度  mg/ml | 重复性(r)  /% |
| Ag | 0.0001 | 0.000864 | Pb | 0.0001 | 0.000020 |
| 0.0010 | 0.000087 | 0.0010 | 0.000072 |
| 0.0150 | 0.000254 | 0.0150 | 0.000267 |
| Au | 0.0001 | 0.000022 | Pt | 0.0001 | 0.000023 |
| 0.0010 | 0.000080 | 0.0010 | 0.000087 |
| 0.0150 | 0.000292 | 0.0150 | 0.000235 |
| Ir | 0.0001 | 0.000020 | — | — | — |
| 0.0010 | 0.000069 | — | — |
| 0.0150 | 0.000219 | — | — |

10.2 再现性

精密度数据是在2019年10月至2020年10月由3家实验室对各元素含量的3个不同水平样品进行共同试验确定的。每个实验室对每个水平的各元素含量在重复性条件下独立测定7次。测量的原始数据见表A.1。在再现性条件下获得的两次独立测试结果的绝对值不大于再现性限（R），超过再现性限（R）的情况不超过5％，再现性限（R）按表5数据采用内插法或外延

法求得。

表 5 再现性限

|  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 元素 | 浓度  mg/mL | 再现性(R)  /% | 元素 | 浓度  mg/mL | 再现性(R)  % |
| Ag | 0.0001 | 0.00010 | Pb | 0.0001 | 0.00001 |
| 0.0010 | 0.00002 | 0.0010 | 0.00002 |
| 0.0150 | 0.00005 | 0.0150 | 0.00005 |
| Au | 0.0001 | 0.00010 | Pt | 0.0001 | 0.00001 |
| 0.0010 | 0.00003 | 0.0010 | 0.00002 |
| 0.0150 | 0.00005 | 0.0150 | 0.00005 |
| Ir | 0.0001 | 0.00001 | — | — | — |
| 0.0010 | 0.00002 | — | — |
| 0.0150 | 0.00005 | — | — |

11 试验报告

本章规定试验报告所包括的内容。至少应给出以下几个方面的内容：

——试验对象；

——使用的文件（GB/T ××××. ×-202×）；

——分析结果及其表示；

——与基本分析步骤的差异；

——测定中观察到的异常现象；

——试验日期。

附 录A

（资料性）

精密度数据是由3家实验室对不同贵金属合金电镀废液中所测元素含量的3个不同水平样品进行共同试验确定的。每个实验室对每个水平的所测元素含量在重复性条件下独立测定7次。测定的原始数据见表A.1。

表A.1 精密度试验原始数据

|  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 元素 | 水平数 | 实验室 | n | | | | | | |
| 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 | 7 |
| Ag | 1 | 1 | 0.00010 | 0.00013 | 0.00011 | 0.00010 | 0.00012 | 0.00012 | 0.00013 |
| 2 | 0.00012 | 0.00012 | 0.00010 | 0.00011 | 0.00012 | 0.00012 | 0.00010 |
| 3 | 0.00012 | 0.00011 | 0.00012 | 0.00010 | 0.00012 | 0.00010 | 0.00013 |
| 2 | 1 | 0.00097 | 0.00102 | 0.00097 | 0.00104 | 0.00104 | 0.00101 | 0.00095 |
| 2 | 0.00105 | 0.00095 | 0.00103 | 0.00097 | 0.00102 | 0.00104 | 0.00100 |
| 3 | 0.00104 | 0.00104 | 0.00101 | 0.00104 | 0.00103 | 0.00103 | 0.00102 |
| 3 | 1 | 0.01510 | 0.01502 | 0.01495 | 0.01499 | 0.01493 | 0.01513 | 0.01487 |
| 2 | 0.01488 | 0.01515 | 0.01511 | 0.01493 | 0.01488 | 0.01502 | 0.01489 |
| 3 | 0.01499 | 0.01508 | 0.01496 | 0.01512 | 0.01503 | 0.01507 | 0.01493 |
| Au | 水平数 | 实验室 | n | | | | | | |
| 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 | 7 |
| 1 | 1 | 0.00011 | 0.00011 | 0.00010 | 0.00012 | 0.00010 | 0.00013 | 0.00011 |
| 2 | 0.00011 | 0.00012 | 0.00011 | 0.00010 | 0.00011 | 0.00011 | 0.00012 |
| 3 | 0.00010 | 0.00012 | 0.00010 | 0.00012 | 0.00011 | 0.00011 | 0.00012 |
| 2 | 1 | 0.00098 | 0.00103 | 0.00099 | 0.00104 | 0.00100 | 0.00101 | 0.00104 |
| 2 | 0.00102 | 0.00103 | 0.00098 | 0.00105 | 0.00100 | 0.00099 | 0.00105 |
| 3 | 0.00098 | 0.00099 | 0.00104 | 0.00097 | 0.00100 | 0.00097 | 0.00096 |
| 3 | 1 | 0.01493 | 0.01511 | 0.01494 | 0.01515 | 0.01498 | 0.01512 | 0.01513 |
| 2 | 0.01488 | 0.01503 | 0.01508 | 0.01510 | 0.01513 | 0.01515 | 0.01512 |
| 3 | 0.01489 | 0.01508 | 0.01505 | 0.01486 | 0.01493 | 0.01486 | 0.01496 |
| Ir | 水平数 | 实验室 | n | | | | | | |
| 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 | 7 |
| 1 | 1 | 0.00011 | 0.00011 | 0.00012 | 0.00012 | 0.00011 | 0.00010 | 0.00010 |
| 2 | 0.00011 | 0.00012 | 0.00010 | 0.00012 | 0.00011 | 0.00011 | 0.00011 |
| 3 | 0.00012 | 0.00011 | 0.00011 | 0.00010 | 0.00013 | 0.00011 | 0.00012 |
| 2 | 1 | 0.00099 | 0.00103 | 0.00100 | 0.00104 | 0.00105 | 0.00100 | 0.00103 |
| 2 | 0.00101 | 0.00100 | 0.00100 | 0.00097 | 0.00096 | 0.00099 | 0.00096 |
| 3 | 0.00099 | 0.00104 | 0.00099 | 0.00099 | 0.00100 | 0.00099 | 0.00100 |
| 3 | 1 | 0.01487 | 0.01496 | 0.01503 | 0.01492 | 0.01512 | 0.01507 | 0.01501 |
| 2 | 0.01508 | 0.01500 | 0.01495 | 0.01492 | 0.01494 | 0.01512 | 0.01490 |
| 3 | 0.01503 | 0.01487 | 0.01512 | 0.01495 | 0.01497 | 0.01500 | 0.01494 |

表A.1 精密度试验原始数据 （续）

|  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| Pd | 水平数 | 实验室 | n | | | | | | |
| 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 | 7 |
| 1 | 1 | 0.00011 | 0.00012 | 0.00012 | 0.00011 | 0.00012 | 0.00012 | 0.00011 |
| 2 | 0.00012 | 0.00011 | 0.00010 | 0.00010 | 0.00011 | 0.00012 | 0.00010 |
| 3 | 0.00011 | 0.00012 | 0.00011 | 0.00011 | 0.00011 | 0.00010 | 0.00010 |
| 2 | 1 | 0.00103 | 0.00096 | 0.00101 | 0.00103 | 0.00105 | 0.00101 | 0.00105 |
| 2 | 0.00103 | 0.00099 | 0.00104 | 0.00104 | 0.00102 | 0.00102 | 0.00103 |
| 3 | 0.00101 | 0.00100 | 0.00099 | 0.00103 | 0.00096 | 0.00103 | 0.00104 |
| 3 | 1 | 0.01502 | 0.01515 | 0.01499 | 0.01509 | 0.01502 | 0.01489 | 0.01508 |
| 2 | 0.01496 | 0.01511 | 0.01485 | 0.01514 | 0.01509 | 0.01499 | 0.01514 |
| 3 | 0.01506 | 0.01496 | 0.01491 | 0.01487 | 0.01502 | 0.01513 | 0.01514 |
| Ir | 水平数 | 实验室 | n | | | | | | |
| 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 | 7 |
| 1 | 1 | 0.00012 | 0.00011 | 0.00011 | 0.00012 | 0.00011 | 0.00010 | 0.00011 |
| 2 | 0.00012 | 0.00013 | 0.00011 | 0.00011 | 0.00011 | 0.00012 | 0.00012 |
| 3 | 0.00011 | 0.00012 | 0.00012 | 0.00010 | 0.00012 | 0.00010 | 0.00012 |
| 2 | 1 | 0.00100 | 0.00096 | 0.00096 | 0.00102 | 0.00102 | 0.00099 | 0.00097 |
| 2 | 0.00103 | 0.00098 | 0.00098 | 0.00096 | 0.00096 | 0.00098 | 0.00101 |
| 3 | 0.00105 | 0.00096 | 0.00096 | 0.00103 | 0.00102 | 0.00096 | 0.00103 |
| 3 | 1 | 0.01494 | 0.01499 | 0.01489 | 0.01500 | 0.01499 | 0.01505 | 0.01501 |
| 2 | 0.01501 | 0.01506 | 0.01485 | 0.01492 | 0.01500 | 0.01498 | 0.01496 |
| 3 | 0.01490 | 0.01510 | 0.01512 | 0.01486 | 0.01490 | 0.01514 | 0.01487 |

\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_