

 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3部分：硫酸盐含量的测定**

**硫酸钡重量法**

Methods for chemical analysis of precious metals alloys electroplating wastewater—

Part 3：Determination of sulfate—

Barium sulphate gravimetric method

 **(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3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。

1. 。

**贵金属合金电镀废水化学分析方法**

**第3部分：硫酸盐含量的测定**

**硫酸钡重量法**

**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）中的硫酸盐的测定方法。

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）中的硫酸盐的测定。测定范围：*SO*42-质量浓度

0.01 g/L～18 g/L。

2 规范性引用文件

本文件没有规范性引用文件。

1. 术语和定义

本文件没有需要界定的术语和定义。

4 原理

在pH值3.1～4.4左右，用盐酸羟胺将金等元素还原，过滤，滤液中的硫酸根和氯化钡生成硫酸钡沉淀,与铁、铜等离子分离，经过滤、洗涤、灼烧至恒量，计算硫酸根的含量。

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二次蒸馏水或相当纯度（电阻率≥18.2MΩ·cm-1）的水。

5.1 盐酸羟胺。

5.2 无水乙醇。

5.3 氨水：MOS级，ρ= 0.90g/mL。

5.4 盐酸：质量分数为36%～38%，ρ=1.19g/mL。

5.5 氨水（1+1）：1体积氨水（5.3）和1体积水混匀，用时现配。

5.6 盐酸（1+1）：1体积盐酸（5.4）和1体积水混匀，用时现配。

5.7 盐酸（1+99）：1体积盐酸（5.4）和99体积水混匀，用时现配。

5.8 硝酸银溶液（1%）。

5.9 氯化钡溶液（10%）：经慢速定量滤纸过滤后备用。

5.10 纸浆。

5.11 慢速定量滤纸（φ9cm）

5.12 瓷坩埚

6 仪器

6.1 马弗炉

6.2 电子天平（感量0.00001g）

6.3 水浴锅

6.4干燥器

7 样品

样品储存于塑料瓶中备用。

8 试验步骤

8.1 试料

用移液管(6.4)按表1准确移取试样于容量瓶中，定容，摇匀。

表1 试料表

|  |  |
| --- | --- |
| 浓度范围g/L | 取样体积mL |
| 0.01~1.00 | 50 |
| 1.00~10.00 | 10 |
| 10.00~18.00 | 5 |

8.2 平行实验

平行做两份试验。

8.3 空白实验

随同试料做空白试验。

8.4 测定

8.4.1 将试料按表1移取后，于250mL烧杯中，加水至150mL；

8.4.2 加0.5g盐酸羟胺，用氨水（5.5）或盐酸（5.6）调节pH值至3.1～4.4，加35mL无水乙醇（5.2），用玻璃棒搅拌均匀；

8.4.3 于电炉上加热至近沸，取下、过滤沉淀；

8.4.4 在不断搅拌下将滤液中快速加入过量氯化钡溶液（5.9）；

8.4.5 加入少量定量纸浆（5.10），在水浴锅中60～70℃保温2h,冷却至室温或静置过夜（或在不断搅拌下加热煮沸，取下静置沉淀30min）；

8.4.6 用慢速定量滤纸（5.11）过滤，弃去滤液。用热盐酸（5.7）洗涤烧杯3次，沉淀4～5次，再用热水洗涤滤纸及沉淀至无氯离子为止，用硝酸银溶液（5.8）检查是否将氯离子洗净，若滤液变浑浊则继续洗涤；（一般洗涤10次，每次2mL）

8.4.7 将硫酸钡沉淀连同滤纸合并移入已灼烧至恒量的瓷坩埚（5.12）中，低温灰化（小于500℃），于820℃烧灼30min，微开马弗炉炉门，稍冷15min，取出瓷坩埚置于干燥器中，冷却至室温，称量。反复灼烧至恒重。

9 实验数据处理

按公式（1）计算试料中的硫酸根的质量浓度

$SO\_{4}^{2-}=\frac{m\_{1}×0.4113×10^{3}}{V}$…………………………………………….（1）

式中:

*SO*42-—贵金属合金电镀废水中硫的摩尔浓度， g/L；

*m*1—试样所测得的硫酸钡的质量，g；

0.4113—硫酸钡中硫酸根的占比；

*V*—用于沉淀测试所对应的原液的体积，mL。

结果保留至小数点后二位。

10 精密度

平行测定元素的绝对偏差不大于这两个样品含量测定结果算数平均值的40%，其含量平行测定结果的绝对偏差不大于0.5‰，如果大于该值，应重新试验。

10.1 重复性

1. 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2数据采用内插法或外延法求得。

1. 表 2 重复性限

|  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- |
| W*SO*42-g/L | 0.0100 | 1.0000 | 10.0000 | 98.0000 |
| 重复性限(r)% | 0.000130 | 0.002570 | 0.021241 | 0.051641 |

10.2 再现性

1. 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3数据采用内插法或外延

法求得。

1. 表 3 再现性限

|  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- |
| W*SO*42-g/L | 0.0100 | 1.0000 | 10.0000 | 98.0000 |
| 再现性限(R)% | 0.000237 | 0.002842 | 0.025376 | 0.05731 |

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）

精密度试验原始数据

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 | 水品数 | 实验室 | n |
| 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 | 7 |
| *SO*42-　 | 1 | 1 | 0.0010 | 0.0010 | 0.0010 | 0.0010 | 0.0011 | 0.0010 | 0.0010 |
| 2 | 0.0011 | 0.0010 | 0.0011 | 0.0010 | 0.0009 | 0.0011 | 0.0011 |
| 3 | 0.0009 | 0.0010 | 0.0010 | 0.0011 | 0.0010 | 0.0010 | 0.0009 |
| 2 | 1 | 1.0003 | 1.0012 | 1.0005 | 0.9995 | 1.0011 | 1.0000 | 1.0006 |
| 2 | 1.0016 | 0.9999 | 1.0000 | 1.0020 | 1.0018 | 0.9992 | 1.0020 |
| 3 | 1.0009 | 1.0017 | 1.0020 | 1.0005 | 0.9991 | 1.0012 | 1.0008 |
| 3 | 1 | 9.9970 | 10.0050 | 10.0180 | 10.0080 | 10.0140 | 10.0120 | 9.9990 |
| 2 | 10.0060 | 10.0150 | 10.0140 | 10.0140 | 10.0190 | 10.0010 | 10.0180 |
| 3 | 10.0050 | 10.0010 | 10.0190 | 10.0160 | 10.0080 | 10.0060 | 9.9950 |
| 4 | 1 | 98.0017 | 98.0086 | 98.0130 | 98.0211 | 98.0075 | 98.0420 | 98.0144 |
| 2 | 98.0182 | 97.9875 | 98.0297 | 97.9906 | 98.0133 | 97.9832 | 98.0504 |
| 3 | 98.0268 | 97.9953 | 98.0129 | 97.9935 | 98.0261 | 97.9927 | 97.9873 |

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