

 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4部分：氯离子含量的测定**

**氯化银浊度法**

Methods for chemical analysis of precious metals alloys electroplating wastewater—

Part 4：Determination of chlorine—

Silver chlorine turbidimetric 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4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4部分：氯离子含量的测定**

**氯化银浊度法**

**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

本文件规定了贵金属合金电镀废水中氯离子的测定方法。

本文件适用于以黄金为主含量的贵金属合金电镀废水中氯离子的测定。测定范围：氯离子质量浓度1.0 g/L ~50.0g/L。

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

氯离子溶液在乙醇介质，氯与硝酸银形成氯化银乳浊液，用分光光度计于波长420nm处测量其吸光度，计算氯离子的质量浓度。

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无水乙醇。

5.2纯净水：不含Cl。

5.3硝酸：质量分数为68%～70%，ρ=1.43g/mL。

5.4硝酸（1+2）：以1体积的硝酸（5.3）与2体积的纯净水(5.2)比例按需进行配制。

5.5亚硫酸钠溶液：100g/L

准确称取100g亚硫酸钠溶于水中，移入 1000 mL 容量瓶中，用水定容，摇匀。

5.6硝酸银溶液10g/L：

准确称取10g硝酸银溶于水中，移入 1000 mL 容量瓶中，用水定容，摇匀。

5.7氯标准溶液（1000μg/mL）：

准确称取 1. 6485 g 基准氯化钠(预先在 400℃~ 500℃ 灼烧至恒量，无爆裂声，在干

燥器中冷却至室温) 溶于水中，移入 1000 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。 此溶液 1 m L 含1000μg氯。

5.8氯标准溶液（10ug/mL）：

准确移取1.00mL（5.7）标准溶液于100mL容量瓶中，用水定容。

6 仪器设备

6.1 T6分光光度计

6.2 电子天平：感量0.0001g

6.3 水浴锅

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

按表1准确移取试样稀释于容量瓶中，定容，摇匀。

表 1 试料分取表

|  |  |  |
| --- | --- | --- |
| 样品含量范围g/L | 稀释倍数 | 稀释总倍数 |
| 1.0-2.0 | 400 | 1000 |
| 2.0-10.0 | 2000 | 5000 |
| 10.0-20.0 | 4000 | 10000 |
| 20.0-50.0 | 10000 | 25000 |

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稀释移取后，加入15mL硝酸（5.4），10mL亚硫酸钠（5.5）溶液， 用水稀释至100mL，摇匀。

8.4.2用移液管（20mL）移取两份20.00mL溶液（8.4.1）于两个50mL容量瓶中。

8.4.3 分别加入3mL硝酸（5.3），5mL乙醇（5.1），其中一份以水稀释至刻度，摇匀后做参比；另一份加少量水后，再加入2mL硝酸银溶液（5.6），用水稀释至50mL，摇匀。

8.4.4 将容量瓶放置于70℃±1℃的水浴锅中加热8min，取出，流水冷却至室温，避光放置10min，以未加标准溶液的溶液为参比液，用3cm比色皿在波长420nm处分别测其溶液吸光度。

8.5 标准曲线的绘制

8.5.1向同一系列50mL容量瓶中加入0mL、1.00mL、2.00mL、4.00mL、6.00mL、8.00mL、10.00mL的氯标准溶液（5.8），,即氯离子浓度为0μg/mL、0.2μg/mL、0.4μg/mL、0.8μg/mL、1.2μg/mL、1.6μg/mL、2.0μg/mL；

8.5.2分别加入3mL硝酸（5.3）,5mL乙醇（5.1），用水稀释至约45mL，分别加入2mL硝酸银溶液（5.6），用水稀释至刻度，摇匀。将容量瓶放置于70℃±1℃的水浴锅中加热8min，取出，流水冷却至室温，避光放置10min，以未加标准溶液的溶液为参比液，用3cm比色皿在波长420nm处分别测其溶液吸光度。

8.5.3吸光系数结果计算

以氯标准溶液浓度为纵坐标，并以吸光度为横坐标，绘制标准曲线。

9 实验数据处理

按公式（2）计算试料中的银的质量浓度*C*,数值以g/L表示：

$C\_{Cl^{-}}$=$C\_{1}×K×10^{-3}$…………………………………………(1)

$C\_{1}$—根据标准曲线计算样品稀释后氯的浓度μg/mL；

$C\_{Cl^{-}}$—试料中氯的浓度g/L ；

K—试样稀释总倍数；

所得结果表示至小数点后一位。

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1数据采用内插法或外延法求得。
2. 表 1 重复性限

|  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| WAgg/L | 0.0010 | 0.0100 | 0.1000 | 0.5000 | 1.0000 |
| 重复性限(r)% | 0.000206 | 0.000285 | 0.013082 | 0.036529 | 0.047133 |

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2数据采用内插法或外延法求得。

1. 表 2 再现性限

|  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| WAgg/L | 0.0010 | 0.0100 | 0.1000 | 0.5000 | 1.0000 |
| 再现性限(R)% | 0.000271 | 0.000318 | 0.014273 | 0.0039261 | 0.049216 |

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。

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
| 元素 | 水品数 | 实验室 | n |
| 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 | 7 |
| Cl | 1 | 1 | 0.0011 | 0.0012 | 0.0012 | 0.0011 | 0.0012 | 0.0011 | 0.0010 |
| 2 | 0.0010 | 0.0010 | 0.0011 | 0.0012 | 0.0010 | 0.0011 | 0.0012 |
| 3 | 0.0010 | 0.0011 | 0.0012 | 0.0011 | 0.0012 | 0.0012 | 0.0010 |
| 2 | 1 | 0.0101 | 0.0099 | 0.0100 | 0.0099 | 0.0100 | 0.0100 | 0.0100 |
| 2 | 0.0099 | 0.0098 | 0.0102 | 0.0101 | 0.0099 | 0.0100 | 0.0099 |
| 3 | 0.0100 | 0.0098 | 0.0099 | 0.0098 | 0.0100 | 0.0099 | 0.0101 |
| 3 | 1 | 0.1053 | 0.0950 | 0.1080 | 0.1081 | 0.0989 | 0.0980 | 0.1049 |
| 2 | 0.1060 | 0.0968 | 0.1002 | 0.1083 | 0.1071 | 0.1097 | 0.1094 |
| 3 | 0.1002 | 0.1093 | 0.1047 | 0.0988 | 0.1078 | 0.1009 | 0.1017 |
| 4 | 1 | 0.4858 | 0.4935 | 0.5196 | 0.4957 | 0.5195 | 0.5014 | 0.5140 |
| 2 | 0.5127 | 0.5208 | 0.5002 | 0.5226 | 0.4931 | 0.5213 | 0.4941 |
| 3 | 0.5229 | 0.5215 | 0.4937 | 0.4886 | 0.4963 | 0.5088 | 0.4968 |
| 5 | 1 | 0.9986 | 1.0330 | 1.0008 | 0.9867 | 0.9950 | 1.0127 | 0.9905 |
| 2 | 1.0062 | 1.0313 | 1.0064 | 0.9856 | 1.0027 | 0.9935 | 0.9973 |
| 3 | 1.0311 | 1.0005 | 1.0249 | 0.9877 | 0.9951 | 1.0315 | 1.0319 |

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