

 发布

国家市场监督管理总局

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

 **(送审稿)**

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、深圳市中金岭南有色金属股份有限公司、山东招金金银精炼有限公司、有色金属技术经济研究院有限责任公司、中国检验认证集团广西有限公司、紫金铜业有限公司、紫金矿业集团股份有限公司、中宝正信金银珠宝首饰检测有限公司、江西省君鑫贵金属科技材料有限公司、河南省地质局地质灾害防治中心、国标（北京）检验认证有限公司、大冶有色设计院有限公司、铜陵有色金属集团控股有限公司、北矿检测技术股份有限公司、中船重工黄冈贵金属有限公司、山东恒邦冶炼股份有限公司、广东省科学院工业分析检测中心、金川集团股份有限公司、国合通用(青岛)测试评价有限公司、北京科技大学、大连丹特生物技术有限公司、贵研检测科技(云南)有限公司、上海有色金属工业技术监测中心有限公司、江苏北矿金属循环利用科技有限公司、浙江微通催化新材料有限公司、大连融德特种材料有限公司、河南豫光金铅股份有限公司。

本文件主要起草人：孙芳、刘振江、邵文英、宋艳梅、张新苗、向磊、李尚远、冯桂坤、杨星、程晓莹、郁丰善、黄庆、李文英、张月琳、伍斯静、韦伟平、丘丽珍、林英玲、王纯清、张辰子、孙海峰、鲁双林、熊梅瑜、徐晓燕、王丽丽、袁帅、王玮、谢辉、丘秋雨、李杰、郭玲玲、刘含笑、吕东芹、黄艳杰、邸卫利、李莉君、汪婷婷、崔祥光、鞠景喜、魏青、钱栋。

**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

本文件描述了以贵金属合金电镀及其生产加工产生的废水（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。

本文件适用于以贵金属合金电镀及其生产加工产生的废水（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：硫酸根质量浓度0.01 g/L～18 g/L。

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 8170 数值修约规则与极限数值的表示和判断

3 术语和定义

本文件没有需要界定的术语和定义。

4 原理

试样用盐酸羟胺将金等元素还原，硫酸根和氯化钡生成硫酸钡沉淀，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二次蒸馏水或相当纯度（电阻率≥18.2MΩ·cm）的水。

5.1 盐酸羟胺。

5.2 无水乙醇：（ρ=0.79 g/mL）。

5.3 氨水：（ρ=0.90 g/mL）。

5.4 盐酸：（ρ=1.19 g/mL）。

5.5 氨水（1+1）。

5.6 盐酸（1+1）。

5.7 盐酸（1+99）。

5.8 硝酸银溶液：1%。

5.9 氯化钡溶液： 10%。

5.10 纸浆（有定量滤纸制备）

5.11慢速定量滤纸（φ=9cm）。

6 仪器

分析中使用通常的实验室仪器。

7 样品

样品储存于塑料瓶中备用。

8 试验步骤

8.1 试料

按表1准确移取试样于烧杯中。

表1 溶液分取表

|  |  |
| --- | --- |
| 浓度范围g/L | 取样体积mL |
| 0.01~1.00 | 50.00 |
| 1.00~10.00 | 10.00 |
| 10.00~18.00 | 5.00 |

8.2 平行试验

平行做两份试验。

8.3 空白试验

随同试料做空白试验。

8.4 测定

8.4.1 按表1移取试料于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，滤液用500mL烧杯承接，并将滤液补加水至300mL。

8.4.4 在不断搅拌下向滤液（8.4.3）中缓慢加入氯化钡溶液（5.9）至不再产生硫酸钡沉淀。

8.4.5 加入少量纸浆（5.10），在60℃～70℃水浴锅中保温2h，冷却至室温，静置过夜；或在不断搅拌下加热5min，近沸保温1h，取下静置沉淀30min。

8.4.6 用慢速定量滤纸（5.10）过滤，弃去滤液。用热盐酸（5.7）洗涤烧杯3次，洗涤沉淀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，若滤液变浑浊则用热水继续洗涤至验证为无氯离子。

8.4.7 将硫酸钡沉淀连同滤纸合并移入已灼烧至恒量的坩埚中，低温灰化，在800℃～850℃灼烧30min以上，取出坩埚置于干燥器中，冷却至室温，称量。反复灼烧至恒重（*m*1）。

9 实验数据处理

硫酸盐的含量以硫酸根的质量浓度$ρ\_{SO\_{4}^{2-}}$计，按公式（1）计算：

$ρ\_{SO\_{4}^{2-}}$ = $\frac{(m\_{1}-m\_{0})×0.4116×10^{3}}{V}$ ….…………….（1）

式中:

$ρ\_{SO\_{4}^{2-}}$—贵金属合金电镀废水中硫酸根的质量浓度，单位为克/升， g/L；

$m\_{1}$—试样所测得的硫酸钡的质量，单位为克，g；

$m\_{0}$—随同试样所做空白中测得的硫酸钡的质量，单位为克，g；

0.4116—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，单位为毫升，mL。

计算结果表示到小数点后二位。

10 精密度

10.1 重复性

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2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。精密度试验原始数据参见附录A。
2. 表 2 重复性限（r）

|  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 硫酸根质量浓度g/L | 0.02 | 0.11 | 0.95 | 4.74 | 7.04 | 17.40 |
| 重复性限(r)g/L | 0.01 | 0.02 | 0.08 | 0.14 | 0.22 | 0.45 |

10.2 再现性

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。
2. 表 3 再现性限（R）

|  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 硫酸根质量浓度g/L | 0.02 | 0.11 | 0.95 | 4.74 | 7.04 | 17.40 |
| 再现性限(R)g/L | 0.02 | 0.08 | 0.16 | 0.41 | 0.47 | 0.69 |

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

精密度数据是在 2022年~2023年由19家实验室对含硫酸盐不同水平的贵金属合金电镀废水样品进行共同试验确定的。每家实验室对每个水平的贵金属合金电镀废水样品中硫酸盐质量浓度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 单位：g/L

|  |  |  |
| --- | --- | --- |
| 实验室 | 样品编号 | 水平数 |
| 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 | 7 |
| 1 | 1# | 0.02 | 0.02 | 0.02 | 0.02 | 0.02 | 0.02 | 0.02 |
| 2 | 1# | 0.01 | 0.01 | 0.01 | 0.01 | 0.01 | 0.01 | 0.01 |
| 3 | 1# | 0.01 | 0.01 | 0.01 | 0.01 | 0.01 | 0.01 | 0.01 |
| 4 | 1# | 0.02 | 0.02 | 0.03 | 0.02 | 0.03 | 0.03 | 0.03 |
| 5 | 1# | 0.03 | 0.03 | 0.03 | 0.03 | 0.03 | 0.03 | 0.03 |
| 6 | 1# | 0.02 | 0.02 | 0.02 | 0.02 | 0.03 | 0.03 | 0.02 |
| 7 | 1# | 0.00 | 0.00 | 0.01 | 0.01 | 0.00 | 0.01 | 0.01 |
| 8 | 1# | 0.02 | 0.03 | 0.03 | 0.03 | 0.03 | 0.03 | 0.03 |
| 9 | 1# | 0.02 | 0.02 | 0.02 | 0.02 | 0.02 | 0.02 | 0.02 |
| 10 | 1# | 0.02 | 0.02 | 0.01 | 0.02 | 0.02 | 0.01 | 0.01 |
| 11 | 1# | 0.02 | 0.02 | 0.02 | 0.02 | 0.02 | 0.02 | 0.02 |
| 12 | 1# | 0.02 | 0.02 | 0.02 | 0.02 | 0.02 | 0.02 | 0.03 |
| 13 | 1# | 0.02 | 0.02 | 0.02 | 0.02 | 0.02 | 0.02 | 0.02 |
| 14 | 1# | 0.03 | 0.02 | 0.02 | 0.03 | 0.02 | 0.03 | 0.02 |
| 15 | 1# | 0.02 | 0.02 | 0.02 | 0.02 | 0.02 | 0.02 | 0.03 |
| 16 | 1# | 0.03 | 0.02 | 0.02 | 0.03 | 0.02 | 0.03 | 0.02 |
| 17 | 1# | 0.01 | 0.02 | 0.01 | 0.02 | 0.03 | 0.02 | 0.02 |
| 18 | 1# | 0.02 | 0.02 | 0.03 | 0.03 | 0.02 | 0.03 | 0.04 |
| 19 | 1# | 0.04 | 0.03 | 0.04 | 0.03 | 0.04 | 0.04 | 0.03 |
| 实验室 | 样品编号 | 水平数 |
| 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 | 7 |
| 1 | 2# | 0.12 | 0.11 | 0.11 | 0.11 | 0.10 | 0.11 | 0.12 |
| 2 | 2# | 0.12 | 0.13 | 0.14 | 0.13 | 0.13 | 0.12 | 0.14 |
| 3 | 2# | 0.01 | 0.01 | 0.01 | 0.01 | 0.01 | 0.01 | 0.01 |
| 4 | 2# | 0.11 | 0.11 | 0.11 | 0.11 | 0.12 | 0.12 | 0.12 |
| 5 | 2# | 0.12 | 0.10 | 0.12 | 0.12 | 0.10 | 0.11 | 0.12 |
| 6 | 2# | 0.08 | 0.10 | 0.09 | 0.08 | 0.11 | 0.11 | 0.09 |
| 7 | 2# | 0.10 | 0.10 | 0.10 | 0.10 | 0.10 | 0.11 | 0.11 |
| 8 | 2# | 0.11 | 0.12 | 0.10 | 0.12 | 0.11 | 0.12 | 0.11 |
| 9 | 2# | 0.12 | 0.12 | 0.12 | 0.12 | 0.12 | 0.12 | 0.12 |
| 10 | 2# | 0.12 | 0.11 | 0.14 | 0.11 | 0.14 | 0.12 | 0.14 |
| 11 | 2# | 0.11 | 0.13 | 0.13 | 0.11 | 0.11 | 0.10 | 0.12 |
| 12 | 2# | 0.13 | 0.13 | 0.13 | 0.12 | 0.13 | 0.12 | 0.13 |
| 13 | 2# | 0.13 | 0.12 | 0.14 | 0.13 | 0.12 | 0.12 | 0.12 |
| 14 | 2# | 0.13 | 0.13 | 0.15 | 0.14 | 0.14 | 0.13 | 0.12 |
| 15 | 2# | 0.11 | 0.10 | 0.11 | 0.11 | 0.12 | 0.10 | 0.11 |
| 16 | 2# | 0.14 | 0.13 | 0.14 | 0.13 | 0.14 | 0.14 | 0.13 |
| 17 | 2# | 0.10 | 0.09 | 0.09 | 0.10 | 0.09 | 0.08 | 0.08 |
| 实验室 | 样品编号 | 水平数  |
| 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 | 7 |
| 1 | 3# | 0.93 | 0.94 | 0.94 | 0.95 | 0.94 | 0.93 | 0.94 |
| 2 | 3# | 0.97 | 0.98 | 1.02 | 1.01 | 0.97 | 0.96 | 0.94 |
| 3 | 3# | 0.97 | 0.98 | 1.05 | 1.05 | 1.05 | 1.14 | 1.08 |
| 4 | 3# | 0.97 | 0.99 | 0.98 | 1.01 | 1.01 | 0.95 | 0.94 |
| 5 | 3# | 0.95 | 0.96 | 0.97 | 0.94 | 0.96 | 0.94 | 0.94 |
| 6 | 3# | 0.82 | 0.75 | 0.80 | 0.78 | 0.85 | 0.90 | 0.88 |
| 7 | 3# | 0.94 | 0.94 | 0.94 | 0.95 | 0.94 | 0.94 | 0.94 |
| 8 | 3# | 0.96 | 0.94 | 0.94 | 0.97 | 0.96 | 0.96 | 0.95 |
| 9 | 3# | 0.95 | 0.97 | 1.02 | 0.99 | 1.00 | 1.01 | 0.99 |
| 10 | 3# | 0.97 | 0.95 | 0.96 | 0.95 | 0.97 | 0.97 | 1.00 |
| 11 | 3# | 1.02 | 0.95 | 0.96 | 1.02 | 0.95 | 0.97 | 0.99 |
| 12 | 3# | 0.99 | 0.98 | 0.99 | 0.98 | 0.97 | 0.96 | 0.96 |
| 13 | 3# | 0.97 | 0.96 | 0.95 | 0.99 | 0.97 | 0.95 | 0.95 |
| 14 | 3# | 0.95 | 0.93 | 0.94 | 0.95 | 0.93 | 0.94 | 0.94 |
| 15 | 3# | 0.93 | 0.93 | 0.94 | 0.94 | 0.93 | 0.94 | 0.93 |
| 16 | 3# | 0.92 | 0.90 | 0.88 | 0.82 | 0.93 | 0.90 | 0.85 |
| 实验室 | 样品编号 | 水平数  |
| 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 | 7 |
| 1 | 4# | 4.69 | 4.77 | 4.73 | 4.80 | 4.77 | 4.71 | 4.75 |
| 2 | 4# | 4.73 | 4.80 | 4.77 | 4.69 | 4.72 | 4.77 | 4.75 |
| 3 | 4# | 5.15 | 5.32 | 5.14 | 5.33 | 5.14 | 5.07 | 5.07 |
| 4 | 4# | 4.71 | 4.71 | 4.81 | 4.70 | 4.80 | 4.73 | 4.75 |
| 5 | 4# | 4.71 | 4.68 | 4.73 | 4.74 | 4.70 | 4.68 | 4.71 |
| 6 | 4# | 4.72 | 4.70 | 4.69 | 4.72 | 4.77 | 4.75 | 4.70 |
| 7 | 4# | 4.65 | 4.58 | 4.61 | 4.65 | 4.55 | 4.58 | 4.60 |
| 8 | 4# | 4.54 | 4.69 | 4.64 | 4.65 | 4.70 | 4.58 | 4.66 |
| 9 | 4# | 4.71 | 4.72 | 4.71 | 4.72 | 4.72 | 4.71 | 4.71 |
| 10 | 4# | 4.77 | 4.78 | 4.74 | 4.85 | 4.87 | 4.86 | 4.82 |
| 11 | 4# | 4.74 | 4.74 | 4.75 | 4.77 | 4.76 | 4.74 | 4.75 |
| 12 | 4# | 4.93 | 4.81 | 4.94 | 4.85 | 4.92 | 4.93 | 4.85 |
| 13 | 4# | 4.94 | 4.96 | 5.04 | 4.94 | 4.96 | 5.03 | 4.95 |
| 14 | 4# | 5.05 | 5.02 | 4.84 | 4.97 | 4.97 | 4.92 | 4.90 |
| 15 | 4# | 4.84 | 4.72 | 4.86 | 4.72 | 4.83 | 4.76 | 4.81 |
| 16 | 4# | 4.84 | 4.87 | 4.96 | 4.82 | 4.94 | 4.91 | 4.82 |
| 17 | 4# | 4.71 | 4.68 | 4.72 | 4.79 | 4.80 | 4.73 | 4.78 |
| 18 | 4# | 4.63 | 4.72 | 4.62 | 4.71 | 4.66 | 4.68 | 4.65 |
| 19 | 4# | 4.63 | 4.64 | 4.67 | 4.68 | 4.65 | 4.68 | 4.65 |
| 实验室 | 样品编号 | 水平数  |
| 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 | 7 |
| 1 | 5# | 7.12 | 7.14 | 7.14 | 7.02 | 7.18 | 7.12 | 7.05 |
| 2 | 5# | 7.19 | 7.22 | 7.15 | 6.97 | 6.97 | 6.99 | 7.10 |
| 3 | 5# | 7.19 | 7.22 | 7.15 | 6.97 | 6.97 | 6.99 | 7.10 |
| 4 | 5# | 7.26 | 7.08 | 7.19 | 7.15 | 7.36 | 7.12 | 7.09 |
| 5 | 5# | 6.72 | 6.76 | 6.70 | 6.73 | 6.74 | 6.72 | 6.77 |
| 6 | 5# | 7.14 | 7.19 | 7.14 | 7.00 | 7.25 | 7.12 | 7.15 |
| 7 | 5# | 6.95 | 6.98 | 7.10 | 7.05 | 7.00 | 6.95 | 6.98 |
| 8 | 5# | 7.22 | 7.25 | 7.24 | 7.20 | 7.29 | 7.22 | 7.28 |
| 9 | 5# | 6.72 | 6.67 | 6.79 | 6.80 | 6.86 | 6.86 | 6.88 |
| 10 | 5# | 7.02 | 6.87 | 7.01 | 6.94 | 6.93 | 6.89 | 7.00 |
| 11 | 5# | 7.13 | 7.14 | 7.14 | 7.13 | 7.14 | 7.14 | 7.13 |
| 12 | 5# | 6.81 | 6.82 | 6.86 | 6.95 | 7.19 | 6.81 | 6.86 |
| 13 | 5# | 6.84 | 7.07 | 6.99 | 7.07 | 7.05 | 6.95 | 6.78 |
| 14 | 5# | 7.00 | 7.13 | 7.18 | 7.08 | 7.17 | 7.19 | 7.07 |
| 15 | 5# | 6.90 | 6.93 | 7.17 | 7.14 | 7.06 | 6.90 | 7.15 |
| 16 | 5# | 7.01 | 7.01 | 6.96 | 7.12 | 7.11 | 7.01 | 7.06 |
| 17 | 5# | 7.16 | 7.12 | 7.15 | 7.06 | 7.08 | 7.12 | 7.08 |
| 18 | 5# | 6.77 | 6.79 | 6.78 | 6.75 | 6.73 | 6.74 | 6.79 |
| 19 | 5# | 6.81 | 6.76 | 6.77 | 6.78 | 6.78 | 6.78 | 6.78 |
| 实验室 | 样品编号 | 水平数  |
| 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 | 7 |
| 1 | 6# | 17.27 | 17.85 | 17.10 | 17.72 | 17.58 | 17.33 | 17.11 |
| 2 | 6# | 17.35 | 17.69 | 17.48 | 17.62 | 17.72 | 17.43 | 17.84 |
| 3 | 6# | 17.20 | 17.40 | 17.21 | 17.67 | 17.46 | 17.81 | 17.34 |
| 4 | 6# | 17.37 | 17.35 | 17.42 | 17.31 | 17.38 | 17.40 | 17.42 |
| 5 | 6# | 17.56 | 17.66 | 17.58 | 17.63 | 17.67 | 17.71 | 17.72 |
| 6 | 6# | 17.28 | 17.43 | 17.36 | 17.50 | 17.45 | 17.38 | 17.47 |
| 7 | 6# | 17.25 | 17.35 | 17.36 | 17.39 | 17.41 | 17.32 | 17.34 |
| 8 | 6# | 17.46 | 17.52 | 17.62 | 17.58 | 17.49 | 17.56 | 17.43 |
| 9 | 6# | 17.21 | 17.21 | 17.23 | 17.25 | 17.24 | 17.23 | 17.25 |
| 10 | 6# | 17.64 | 17.23 | 17.39 | 17.24 | 17.38 | 17.50 | 17.16 |
| 11 | 6# | 17.39 | 17.63 | 17.29 | 17.33 | 17.51 | 17.81 | 17.22 |
| 12 | 6# | 17.25 | 17.33 | 17.58 | 17.17 | 17.34 | 17.15 | 17.63 |
| 13 | 6# | 17.87 | 17.27 | 17.31 | 17.65 | 17.42 | 17.56 | 17.41 |
| 14 | 6# | 17.61 | 17.81 | 17.82 | 17.08 | 17.13 | 17.45 | 17.32 |
| 15 | 6# | 17.59 | 17.62 | 17.55 | 17.62 | 17.67 | 17.70 | 17.72 |
| 16 | 6# | 17.31 | 17.26 | 17.26 | 17.28 | 17.28 | 17.28 | 17.28 |
| 17 | 6# | 16.83 | 16.82 | 16.85 | 16.82 | 16.73 | 16.80 | 16.70 |

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