

# 中华人民共和国国家标准

GB/T 38161—2019  
代替 GB/T 21198.3—2007

---

## 钯合金首饰 钯含量的测定 钇内标 ICP 光谱法

**Palladium jewellery alloys—Determination of palladium—  
Inductively coupled plasma(ICP)spectrometric method  
using yttrium as internal standard element**

(ISO 11495:2014, Jewellery—Determination of palladium in palladium jewellery alloys—ICP-OES method using yttrium as internal standard element, MOD)

2019-10-17 发布

2020-05-01 实施

国家市场监督管理总局 发布  
中国国家标准化管理委员会

## 前 言

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本标准代替 GB/T 21198.3—2007《贵金属合金首饰中贵金属含量的测定 ICP 光谱法 第 3 部分：钯合金首饰 钯含量的测定 采用钇为内标》。

本标准与 GB/T 21198.3—2007 相比，主要技术变化如下：

- 修改了适用范围为“钯含量为 500‰~990‰”(见第 1 章,2007 年版的第 1 章)；
- 增加了取样方法的规定,相应在规范性引用文件中增加了 ISO 11596(见第 2 章和第 6 章)；
- 增加了直接配制校正测试溶液和样品测试溶液的内容及结果计算方法(见 7.2.3,7.3.2 和 7.6.4)。

本标准使用重新起草法修改采用 ISO 11495:2014《首饰 钯合金首饰中钯含量的测定 以钇为内标采用 ICP 光谱法》。

本标准与 ISO 11495:2014 相比在结构上有较多调整,附录 A 中列出了本标准与 ISO 11495:2014 章条编号差异的对照一览表。

本标准与 ISO 11495:2014 相比存在技术性差异,这些差异涉及的条款已通过在其外侧页边空白位置的垂直单线(∟)进行了标示。附录 B 中给出了相应技术性差异及其原因的一览表。

本标准还做了下列编辑性修改：

- 将标准名称修改为《钯合金首饰 钯含量的测定 钇内标 ICP 光谱法》。
- 删除了 ISO 11495:2014 的参考文献。

本标准由中国轻工业联合会提出。

本标准由全国首饰标准化技术委员会(SAC/TC 256)归口。

本标准起草单位：北京国首珠宝首饰检测有限公司、国家首饰质量监督检验中心、北京国首珠宝首饰标准化研究中心。

本标准主要起草人：李素青、王健、秦胜辉、李武军、李玉鹃、张红艳、申云峰。

本标准所代替标准的历次版本发布情况为：

- GB/T 21198.3—2007。

# 钯合金首饰 钯含量的测定

## 钇内标 ICP 光谱法

### 1 范围

本标准规定了以钇为内标采用 ICP-OES 光谱法测定钯合金首饰中钯含量的方法。

本标准适用于钯含量为 500‰~990‰ 钯合金首饰及钯合金制品,其他钯含量的钯合金可参照使用。

### 2 规范性引用文件

下列文件对于本文件的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件,仅注日期的版本适用于本文件。凡是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。

ISO 11596 首饰 贵金属合金首饰及相关制品的取样(Jewellery—Sampling of precious metal alloys for and in jewellery and associated products)

### 3 原理

准确称量样品,溶于王水中,配成确切质量的样品溶液。准确称量一定量的样品溶液,与内标溶液混合,标定至标准测量体积。

应用电感耦合等离子体发射光谱法(ICP-OES),采用插入法测试样品溶液和校正溶液(含有已知质量的钯和钇溶液)中钯(推荐波长 340.45 nm)和钇(推荐波长 371.03 nm)的强度。将样品溶液中钯和钇的强度比值与标准溶液中钯和钇的强度比值比较,计算钯含量。

使用钯的其他波长时,需要检查干扰和仪器性能的影响。

### 4 试剂材料

除非另有说明,在分析中仅使用确认为分析纯的试剂和二级水或相当纯度的水。

- 4.1 盐酸(HCl):质量分数为 36%~38%。
- 4.2 硝酸(HNO<sub>3</sub>):质量分数为 65%~68%。
- 4.3 钯:钯含量不低于 999.9‰。选用 999.5‰的钯时应进行修正。
- 4.4 六水合氯化钇(YCl<sub>3</sub>·6H<sub>2</sub>O)。
- 4.5 氧化钇(Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub>)。
- 4.6 王水:盐酸(4.1)和硝酸(4.2)的体积比为 3:1,使用前配制。

### 5 仪器设备

5.1 电感耦合等离子体发射光谱仪(ICP-OES):可以同时测定钯发射线 340.45 nm 和内标钇发射线 371.03 nm 的强度,相关元素的波长分辨率优于 0.02 nm。

5.2 分析天平,分度值为 0.01 mg。

## 6 取样

样品的取样步骤按 ISO 11596 的规定执行。

## 7 试验步骤

**警示——试验时应采取适当的安全、健康和环保措施。**

### 7.1 内标溶液

称取约 680 mg  $YCl_3 \cdot 6H_2O$ (见 4.4)溶于 200 mL 水中,定容至 1 000 mL。或称取约 250 mg  $Y_2O_3$ (见 4.5)溶于 25 mL 硝酸(见 4.2)和 25 mL 水中,定容至 1 000 mL。根据仪器灵敏度,可调整浓度获得最佳条件。

### 7.2 校正溶液

7.2.1 本标准给出 2 种校正溶液和样品溶液的配制方法,实际测试中可选其一操作。

7.2.2 称取大约 100 mg 钇(见 4.3),精确至 0.01 mg,移入 100 mL 烧杯中,加入 40 mL 王水(见 4.6),加热,溶解。加入水定容至 100 mL,混匀用作钇贮存溶液。称量钇贮存溶液的质量,保留至 0.001 g。

分别称取 4.5 g、5.5 g、6.5 g、7.5 g、8.5 g、9.5 g、9.8 g 和 10.0 g 钇贮存溶液于 100 mL 容量瓶中,至少精确至 0.001 g。加入 10 g 内标溶液(见 7.1),精确至 0.001 g。加入 10 mL HCl,用水定容至 100 mL,充分混匀。

如果存在某些其他元素(如 Ag),可增加盐酸的加入量,不大于 50 mL。校正溶液和样品溶液应保持一致。

注:根据样品的钇含量范围选择校正溶液的浓度。

7.2.3 称取 45 mg、55 mg、65 mg、75 mg、85 mg、95 mg、98 mg 和 100 mg 钇(见 4.3),精确至 0.01 mg,移入 300 mL 烧杯中,加入 100 mL HCl 和 30 mL  $HNO_3$  溶解。加入 100 g 内标溶液(见 7.1),精确至 0.01 g,加入 100 mL HCl,加水定容至 1 000 mL,充分混匀。

如果存在某些其他元素(如 Ag),可增加盐酸的加入量,不大于 500 mL。校正溶液和样品溶液应保持一致。

注:根据样品的钇含量范围选择校正溶液的浓度。

### 7.3 样品溶液

7.3.1 称取约 100 mg 样品 3 份,精确至 0.01 mg,按 7.2.2 溶解并制备样品贮存溶液。大约称取 10 g 样品贮存溶液至 100 mL 容量瓶中,精确至 0.001 g,加入 10 g 内标溶液(见 7.1),精确至 0.01 g。加入 10 mL HCl,用水标定至 100 mL。充分混匀。

如果样品中存在某些其他元素(如 Ag),可增加盐酸的加入量,最多 50 mL。校正溶液和样品溶液应保持一致。

7.3.2 称取约 100 mg 样品 3 份,精确至 0.01 mg,移入 300 mL 烧杯中,按照 7.2.3 溶解并处理样品。

如果样品中存在某些其他元素(如 Ag),可增加盐酸的加入量,最多 500 mL。校正溶液和样品溶液应保持一致。

注:注意降低称样量时由样品均匀性带来的测量误差。

### 7.4 测试

ICP 光谱仪的数据处理系统可以建立一定的测量程序,可同时测定钇发射线 340.45 nm 和内标 Y

发射线 371.03 nm 的强度。根据说明书设置仪器并选择合适的背景校正。应使用干净的矩管、雾化室和吸液管。测试时 ICP 炬管点火一定时间使仪器稳定。

每一标准溶液和样品溶液应有 30 s 的稳定时间以及一定的积分时间和积分次数以保证最大相对标准偏差为 0.2% (见 7.5.2)。根据测量最接近样品溶液结果的两种校正溶液计算得出样品溶液中钯的准确质量 (见 7.5.3 或 7.5.4)，根据校正溶液和样品溶液的制备方式选择计算公式。

## 7.5 计算和结果的表示

7.5.1 按照 7.2.2 和 7.3.1 制备溶液，采用 7.5.3 给出的方法计算；按照 7.2.3 和 7.3.2 制备溶液，采用 7.5.4 给出的方法计算。

7.5.2 内标法基于强度比值  $I_{Pd}/I_Y$  和浓度比值  $C_{Pd}/C_Y$  或质量比值  $m_{Pd}/m_Y$  线性相关。采用同一质量的 Y (内标溶液) 制备所有溶液时，所有计算都可以用  $m_{Pd}$  代替  $m_{Pd}/m_Y$ 。100 mL 容量瓶的精度可以满足测量要求。

一般来说，ICP 光谱仪的数据处理系统可以给出单次测量钯和钇的强度比值。

每一待测溶液的 5 个强度熵 (钯和钇的强度比值,  $Q_1, Q_2, Q_3, Q_4, Q_5$ ) 的平均值  $\bar{Q}$  的计算见式(1)。

$$\bar{Q} = \frac{1}{5} \left( \sum_{n=1}^5 \frac{I_{Pd}}{I_Y} \right) \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中：

$\bar{Q}$  ——待测溶液的 5 个强度熵 (钯和钇的强度比值,  $Q_1, Q_2, Q_3, Q_4, Q_5$ ) 的平均值；

$I_{Pd}$  ——钯的强度值；

$I_Y$  ——钇的强度值。

$Q$  的相对标准偏差 (RSD) 应不大于 0.30%。

7.5.3 由于内标溶液的表现质量  $m_{IS}$  ( $m_{IS} = 10.000$  g) 存在偏差，测量溶液所得的每一强度熵 ( $Q$ ) 应通过用制备该测量溶液的内标溶液的真实质量  $W_{IS,n}$  (g) 进行校正，校正强度熵  $Q_c$  的计算见式(2)。

$$Q_c = Q \times \frac{W_{IS,n}}{m_{IS}} \quad \dots\dots\dots (2)$$

式中：

$Q_c$  ——待测溶液的校正强度熵；

$Q$  ——待测溶液的强度熵；

$W_{IS,n}$  ——内标溶液的真实质量，单位为克 (g)；

$m_{IS}$  ——内标溶液的表现质量，单位为克 (g)。

用校正的强度熵  $Q_c$  测定校正曲线，需要计算校正溶液中钯的准确质量  $m_{Pd,Cs,n}$  (mg)。分别计算每一校正溶液或校正点的  $m_{Pd,Cs,n}$ ，见式(3)：

$$m_{Pd,Cs,n} = \frac{W_{Pd,SS}}{m_{SS,Pd}} \cdot W_{SS,Pd,n} \quad \dots\dots\dots (3)$$

式中：

$m_{Pd,Cs,n}$  ——校正溶液中钯的准确质量，单位为毫克 (mg)；

$W_{Pd,SS}$  ——用于制备钯贮存溶液的钯质量，单位为毫克 (mg)；

$m_{SS,Pd}$  ——制备的钯贮存溶液质量，单位为克 (g)；

$W_{SS,Pd,n}$  ——用于制备校正溶液的钯贮存溶液的质量，单位为克 (g)。

最接近于样品钯含量的两个校正点对应低质量  $a$  和高质量  $b$ ，可用于计算样品溶液中钯的质量  $m_{Pd}$  (mg)，见式(4)。

$$m_{Pd} = a + \frac{(b-a) \times (Q_{Cs} - Q_{Ca})}{(Q_{Cb} - Q_{Ca})} \quad \dots\dots\dots (4)$$

式中:

- $m_{Pd}$ ——样品溶液中钯的质量,单位为毫克(mg);
- $a$ ——根据式(3)得出的用作低标准校正溶液中钯的质量,单位为克(g);
- $b$ ——根据式(3)得出的用作高标准校正溶液中钯的质量,单位为克(g);
- $Q_{Ca}$ ——低标准校正溶液的校正强度熵  $I_{Pd}/I_Y$ ;
- $Q_{Cb}$ ——高标准校正溶液的校正强度熵  $I_{Pd}/I$ ;
- $Q_{Cs}$ ——待测溶液的校正强度熵  $I_{Pd}/I$ 。

由 5 个测量周期所得的钯质量的平均值为样品溶液中钯的质量  $\bar{m}_{Pd}$  (mg), 见式(5):

$$\bar{m}_{Pd} = \frac{1}{5} \left( \sum_{n=1}^5 m_{Pd} \right) \dots\dots\dots (5)$$

式中:

- $\bar{m}_{Pd}$ ——样品溶液中钯的平均质量,单位为(mg)。
- 此平均值的相对标准偏差(RSD)应不大于 0.50%。
- 根据 5 次分别测量样品溶液所得的平均值  $\bar{m}_{Pd}$ , 计算样品中钯的含量(%), 见式(6)。

$$X_{Pd} = \frac{\bar{m}_{Pd} \times m_{SS,Sa}}{W_{Sa} \times W_{SS,Sa}} \times 1\,000 \dots\dots\dots (6)$$

式中:

- $X_{Pd}$ ——样品中钯的含量,以千分数(‰)表示;
- $W_{Sa}$ ——用于制备样品贮存溶液的样品质量,单位为毫克(mg);
- $m_{SS,Sa}$ ——制备的样品贮存溶液质量,单位为克(g);
- $W_{SS,Sa}$ ——用于制备样品测量溶液的样品贮存溶液质量,单位为克(g)。

7.5.4 由于内标溶液的表现质量  $m_{IS}$  ( $m_{IS} = 100.00$  g) 存在偏差, 测量溶液的每一强度熵( $Q$ ) 应由相应的制备该测量溶液的内标溶液的真实质量  $W_{IS,n}$  (g) 进行校正。校正的强度熵  $Q_c$  的计算见式(7)。

$$Q_c = Q \times \frac{W_{IS,n}}{m_{IS}} \dots\dots\dots (7)$$

式中:

- $Q_c$ ——待测溶液的校正强度熵;
- $Q$ ——待测溶液的强度熵;
- $W_{IS,n}$ ——内标溶液的真实质量,单位为克(g);
- $m_{IS}$ ——内标溶液的表现质量,单位为克(g)。

用校正强度熵确定样品的钯含量, 还应计算校正溶液中钯的准确质量  $m_{Pd,Cs,n}$  (mg), 见式(8)。

$$m_{Pd,Cs,n} = W_{Pd,Cs,n} \dots\dots\dots (8)$$

式中:

- $m_{Pd,Cs,n}$ ——校正溶液中钯的准确质量,单位为毫克(mg);
- $W_{Pd,Cs,n}$ ——用于制备钯校正溶液的钯质量,单位为克(g)。

最接近于样品钯含量的两个校正点对应低质量  $a$  和高质量  $b$ , 可用于计算样品溶液中钯的质量  $m_{Pd}$  (mg), 见式(9)。

$$m_{Pd} = a + \frac{(b - a) \times (Q_{Cs} - Q_{Ca})}{(Q_{Cb} - Q_{Ca})} \dots\dots\dots (9)$$

式中:

- $m_{Pd}$ ——样品溶液中钯的质量,单位为毫克(mg);
- $a$ ——根据式(8)得出的用作低标准校正溶液中钯的质量,单位为毫克(mg);
- $b$ ——根据式(8)得出的用作高标准校正溶液中钯的质量,单位为毫克(mg);

$Q_{Ca}$ ——低标准校正溶液的校正强度熵  $I_{Pd}/I_Y$ ;

$Q_{Cb}$ ——高标准校正溶液的校正强度熵  $I_{Pd}/I_Y$ ;

$Q_{Cs}$ ——样品测量溶液的校正的强度熵  $I_{Pd}/I_Y$ 。

由 5 个测量周期所得的钯质量的平均值为样品溶液中钯的质量  $\bar{m}_{Pd}$  (mg), 见式(10):

$$\bar{m}_{Pd} = \frac{1}{5} \left( \sum_{n=1}^5 m_{Pd} \right) \quad \dots\dots\dots(10)$$

式中:

$\bar{m}_{Pd}$ ——样品溶液中钯质量的平均值, 单位为毫克(mg)。

此平均值的相对标准偏差(RSD)应不大于 0.30%。

根据 5 次分别测量样品溶液所得的平均值  $\bar{m}_{Pd}$ , 应用式(11)计算样品中的钯含量  $X_{Pd}$  (%)。

$$X_{Pd} = \frac{\bar{m}_{Pd}}{W_{Sa}} \times 1000 \quad \dots\dots\dots(11)$$

式中:

$X_{Pd}$ ——样品中的钯含量, 用千分数表示;

$W_{Sa}$ ——用于制备样品贮存溶液的样品质量, 单位为毫克(mg)。

7.5.5 计算的中间结果保留五位有效数字, 钯含量保留四位有效数字。

## 8 重复性

平行测定结果的绝对差值应不大于 3%。如大于该值, 应重复试验。

## 9 试验报告

试验报告应包括如下信息:

- 样品的识别: 包括样品来源、接收日期和形状;
- 取样步骤;
- 使用的标准编号(包括年号);
- 样品钯的质量分数(%), 包括单个样品的值及平均值, 按 7.5 的规定计算;
- 如有必要, 应有与本标准方法的规定的分析步骤的差异;
- 测试过程中任何异常情况的记录;
- 测试日期;
- 完成分析的实验室签章;
- 实验室负责人及操作人员的签名。

附 录 A  
(资料性附录)

本标准章条编号与 ISO 11495:2014 章条编号对照

表 A.1 给出了本标准章条编号与 ISO 11495:2014 章条编号对照一览表。

表 A.1 本标准章条编号与 ISO 11495:2014 章条编号对照

本标准章条编号	对应的 ISO 11495:2014 章条编号
1	1
2	2
3	4
4.1	5.1
4.2	5.2
4.3	5.3
4.4,4.5	5.4
4.6	5.5
5.1	6.2
5.2	6.3
6	7
7.1	8.1
7.2.1	—
7.2.2	8.2.1
7.2.3	8.2.2
7.3.1	8.3.1
7.3.2	8.3.2
7.4	8.4
7.5.1	8.5.1
7.5.2	8.5.2
7.5.3	8.5.3
7.5.4	8.5.4
7.5.5	—
8	9
9	10



**附 录 B**  
(资料性附录)

**本标准与 ISO 11495:2014 技术性差异及其原因**

表 B.1 给出了本标准与 ISO 11495:2014 的技术性差异及其原因的一览表。

**表 B.1 本标准与 ISO 11495:2014 技术性差异及其原因**

本标准的章条编号	技术性差异	原因
1	用“本标准适用于钯含量为 500‰~990‰的钯合金首饰及钯合金制品”代替了“本标准适用于 ISO 9202 规定的钯合金首饰”	直接明确了测定范围，便于标准的执行
—	2)删除了 ISO 11495:2014 的第 3 章术语和定义	便于标准的执行
4	1)用“二级水或相当纯度的水”代替了“蒸馏水或相当纯度的水” 2)用“盐酸,质量分数为 36%~38%”代替了“盐酸,质量分数为 30%~37%” 3)用“硝酸,质量分数为 65%~68%”代替了“硝酸,质量分数为 65%~70%”	适合我国国情
7.2.2	称取钯贮存溶液的质量中增加了“10.0 g”	便于标准的执行
7.2.3	称取钯的质量中增加了“100 mg”	便于标准的执行
7.5.2	将“Q 的相对标准偏差(RSD)应不大于 0.30%”中的 0.30%，修改为 0.2%	适合我国国情
7.5.3	将“此平均值的相对标准偏差(RSD)应不大于 0.50%。”中的 0.50%，修改为 0.3%	适合我国国情
7.5.5	增加了“7.5.5 计算的中间结果保留五位有效数字,钯含量保留四位有效数字”	便于标准的执行

中 华 人 民 共 和 国  
国 家 标 准  
钯合金首饰 钯含量的测定  
钇内标 ICP 光谱法  
GB/T 38161—2019

\*

中国标准出版社出版发行  
北京市朝阳区和平里西街甲2号(100029)  
北京市西城区三里河北街16号(100045)

网址 [www.spc.net.cn](http://www.spc.net.cn)

总编室:(010)68533533 发行中心:(010)51780238  
读者服务部:(010)68523946

中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷  
各地新华书店经销

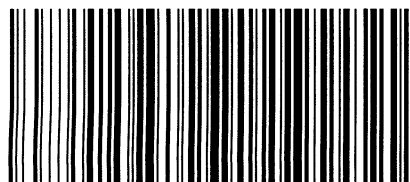
\*

开本 880×1230 1/16 印张 0.75 字数 18 千字  
2019年10月第一版 2019年10月第一次印刷

\*

书号: 155066·1-63605 定价 16.00 元

如有印装差错 由本社发行中心调换  
版权专有 侵权必究  
举报电话:(010)68510107



GB/T 38161-2019

打印日期: 2019年10月25日

