



中华人民共和国国家标准

GB/T 38162—2019
代替 GB/T 21198.5—2007

高含量银合金首饰 银含量的测定 ICP 差减法

High content silver jewellery alloys—Determination of silver—Difference method using inductively coupled plasma optical emission spectroscopy

(ISO 15096:2014, Jewellery—Determination of silver in 999‰ silver jewellery alloys—Difference method using ICP-OES, 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 21198.5—2007《贵金属合金首饰中贵金属含量的测定 ICP 光谱法 第 5 部分：999‰银合金首饰 银含量的测定 差减法》。

本标准与 GB/T 21198.5—2007 相比，主要技术变化如下：

- 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)；
- 修改了方法原理，由沉淀分离测试滤液中的杂质元素改为离心分离后分别测试清液及分离物中的杂质元素(见第 3 章，2007 年版的第 2 章)；
- 增加了试剂材料中王水和硝酸银(见 4.5 和 4.7)；
- 增加了试验步骤中相应的健康和安全操作规程警示(见第 7 章)；
- 修改了重复性为 0.1‰(见 8.3，2007 年版的 6.3)；
- 修改了附录 C 为规范性附录，并对表 C.1 中给出的元素波长修正(见附录 C，2007 年版的附录 A)。

本标准使用重新起草法修改采用 ISO 15096:2014《首饰 999‰银合金首饰中银含量的测定 ICP-OES 差减法》。

本标准与 ISO 15096:2014 相比在结构上有较多调整，附录 A 中列出了本标准与 ISO 15096:2014 章条编号差异对照一览表。

本标准与 ISO 15096:2014 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《高含量银合金首饰 银含量的测定 ICP 差减法》。
- 删除了 ISO 15096:2014 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、张腾、秦胜辉、王健、李玉鹏、张红艳、李武军、申云峰。

本标准所代替标准的历次版本发布情况为：

- GB/T 21198.5—2007。

高含量银合金首饰 银含量的测定

ICP 差减法

1 范围

本标准规定了采用电感耦合等离子体发射光谱法(ICP-OES)测定高含量银合金首饰中的杂质元素含量来确定银含量的方法。

本标准适用于银含量为 995.0%~999.9%的银合金首饰,银合金制品可参照使用。

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

称取银合金样品,溶于硝酸。将溶液进行离心分离,清液定容成 10 g/L 溶液,分离物用王水溶解后定容。用电感耦合等离子体发射光谱法(ICP-OES)分别测定两种溶液中杂质元素含量,用差减法计算银含量。

4 试剂材料

除非另有说明,在分析中仅使用确认为优级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(HNO₃):质量分数为 65%~68%。

4.3 酸贮存溶液 1(不含氯化物):附录 C 表 C.1 中除 Au 外所有元素(分别为 100 mg/L)于 1 mol/L 硝酸(4.2)介质中,使用前配制。

4.4 酸贮存溶液 2(可含有氯化物和硝酸盐):Al、Au、Cr、Fe、Mg、Ni、Pt 和 Sn(分别为 100 mg/L)于 1 mol/L 盐酸(4.1)或硝酸(4.2)介质中,使用前配制。

4.5 王水:盐酸(4.1)和硝酸(4.2)的体积比为 3:1,使用前配制。

4.6 银:含量不低于 999.9%。

4.7 硝酸银,二级及以上。

5 仪器设备

5.1 电感耦合等离子体发射光谱仪(ICP-OES):具有固定或扫描通道;相关元素的波长(见附录 C)分辨率优于 0.02 nm,检测限优于 0.05 mg/L;具背景校正功能。

5.2 分析天平,分度值为 0.01 mg。

5.3 离心机,适合 10 mL~50 mL 试管,转速不低于 3 000 r/min。

5.4 容器或试剂瓶:聚四氟乙烯或塑料。

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 样品溶液

7.1.1 准确称量 500 mg 样品两份,精确至 0.01 mg,转移至 50 mL 烧杯中。加入 7.5 mL 水和 7.5 mL 硝酸(见 4.2)。加热,直至样品溶解并赶尽氮氧化物。加入 10 mL 水,冷却至室温,将溶液转移至离心管中,在 3 000 r/min 的转速下离心分离不少于 5 min,清液转移至 50 mL 容量瓶中。沉淀中加入 5 mL 水,在 3 000 r/min 的转速下再次离心分离不少于 5 min,清液转移至刚才的容量瓶中。在沉淀中加入水后离心重复操作 3 次。将容量瓶中的溶液定容至 50 mL。以银基校正溶液(见 7.2)作标准溶液测试。

7.1.2 在离心分离后的沉淀中加入 2 mL 新配制的王水(见 4.5),加热到 80 ℃,保持 2 h,直至沉淀完全溶解并赶尽氮氧化物。冷却至室温,转移到 5 mL 的容量瓶中,用水冲洗离心管内壁并定容。以王水介质校正溶液(见 7.3)作标准溶液测试。

7.2 银基校正溶液(10 g/L)

空白溶液 1:称取 500 mg 银(见 4.6)或 787 mg 硝酸银(见 4.7),精确至 0.01 mg,按 7.1.1 溶解。冷却,移入 50 mL 容量瓶,加水定容至 50 mL 并混匀。

校正溶液 1:称取 500 mg 银(见 4.6)或 787 mg 硝酸银(见 4.7),精确至 0.01 mg,按 7.1.1 溶解。冷却,移入 50 mL 容量瓶,加入 2.5 mL 酸贮存溶液 1(见 4.3),加水定容至 50 mL 并混匀。

注:本溶液不稳定,在使用前制备。

7.3 王水介质校正溶液

空白溶液 2:将 20 mL 王水(见 4.5)移入 50 mL 的容量瓶中,加水定容至 50 mL 并混匀。

校正溶液 2:将 20 mL 王水(见 4.5)移入 50 mL 的容量瓶中,加入 2.5 mL 酸贮存溶液 2(见 4.4),加水定容至 50 mL 并混匀。

7.4 测试

根据说明书设置仪器测试程序并选择合适的背景校正。测试时应保证炬管、雾化室和进样系统干净,炬管点火一定时间使仪器稳定。

按测试程序先测试校正溶液,然后测试样品溶液。结果应以足够的小数位数表示,以便准确给出相关元素的检出限。

测试时应保证每个溶液的稳定时间 30 s,积分时间 5 s,积分次数 5 次,计算净强度(背景校正)。

两次测试之间的冲洗时间应足够长,以保证每个杂质元素的信号回到基线。

样品溶液应按其溶液的基体分别与 7.2 或 7.3 制备的校正溶液一起测试。

如果确定样品中含有附录 C 中未列入的其他元素,也应测试。

8 计算和结果的表示

8.1 校正曲线

用空白溶液和校正溶液每个元素的浓度和净强度来计算校正曲线。

8.2 计算

通过校正曲线(见 8.1)和元素 i 的净强度可分别得到样品银基溶液和样品王水介质溶液中元素 i 的浓度 $c_{i,Ag}$ 和 $c_{i,ar}$, 该元素的质量分数(w_i)按式(1)计算。

$$w_i = \frac{c_{i,Ag} \times V_{s,Ag}}{m_s} + \frac{c_{i,ar} \times V_{i,ar}}{m_s} \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中:

- w_i ——元素 i 的质量分数,以千分数(‰)表示;
- $c_{i,Ag}$ ——元素 i 在样品溶液中的浓度或元素 i 的检出限,单位为毫克每升(mg/L);
- $V_{s,Ag}$ ——样品溶液的体积,单位为升(L)(7.1 中的 0.05 L);
- $c_{i,ar}$ ——元素 i 在王水溶液中的浓度或元素 i 的检出限,单位为毫克每升(mg/L);
- $V_{s,ar}$ ——样品王水介质溶液的体积,单位为升(L)(7.1 中的 0.005 L);
- m_s ——样品的质量,单位为毫克(mg)。

检出限的定义为相应介质空白溶液中所测每个元素浓度 11 次测试结果标准偏差的 3 倍。

用式(2)计算银的质量分数(w_{sp}),以千分数表示:

$$w_{sp} = 1\,000 - (\sum w_i \times 1\,000) \quad \dots\dots\dots (2)$$

式中:

- w_{sp} ——银的质量分数,以千分数(‰)表示;
- $\sum w_i$ ——所有相关元素(超过检出限)的质量分数之和。

计算结果表示到小数点后一位。

8.3 重复性

平行测定结果的绝对差值应不大于 0.1‰。如大于该值,应重复试验。

9 试验报告

试验报告应包括:

- 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(注日期);
- 样品银的质量分数(‰),包括单个样品的值及平均值,按 8.2 的规定计算;
- 如有必要,应有与本标准方法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 15096:2014 章条编号对照

表 A.1 给出了本标准章条编号与 ISO 15096:2014 章条编号对照一览表。

表 A.1 本标准章条编号与 ISO 15096:2014 章条编号对照

本标准章条编号	对应的 ISO 15096:2014 章条编号
1	1 的第一段
2	2
3	3
4.1	5.1
4.2	5.2
4.3	5.3
4.4	5.4
4.5	5.5
4.6	5.6
4.7	5.7
5.1	6.2
5.2	6.3
5.3	6.4
5.4	—
6	4
7.1	7.1
7.2	7.2
7.3	7.3
7.4	7.4
8.1	8.1
8.2	8.2
8.3	8.3
9	9
附录 A	—
附录 B	—
附录 C	附录 A

附 录 B
(资料性附录)

本标准与 ISO 15096:2014 技术性差异及其原因

表 B.1 给出了本标准与 ISO 15096:2014 的技术性差异及其原因的一览表。

表 B.1 本标准与 ISO 15096:2014 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	“本标准适用于银含量为 995.0‰~999.9‰的银合金首饰，银合金制品可参照使用”代替了 ISO 15096:2014 中的“本标准作为一种推荐性方法，适用于测定 ISO 9202 规定的 999‰银合金的纯度”	增加测定范围便于标准的执行
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
5.2	用“分度值为 0.01 mg”代替了“分度值为 0.1 mg”	保证结果的准确性
5.4	用此条内容代替了 ISO 15096:2014 附录 A 中注 c	便于标准的执行
7.1、7.2	用此条内容“精确至 0.01 mg”代替了“精确至 0.1 mg”	保证结果的准确性
8.2	1) 增加了“元素 i 的检出限”。 2) 增加了“计算结果表示到小数点后一位”	便于标准执行

附 录 C
(规范性附录)

高含量银合金首饰中的杂质元素及推荐波长

测定高含量银合金首饰中的杂质元素及推荐波长见表 C.1。适宜时,可使用其他波长,应注意光学干扰。

表 C.1 高含量银合金首饰中的杂质元素及推荐波长

单位为纳米

元素	推荐波长	其他可用波长	元素	推荐波长	其他可用波长
Al	396.152	—	Ni	231.604	352.454
As	193.759	—	Pb	220.353	168.220
Au	267.595	242.795	Pd	340.458	360.955
Bi	223.061	—	Pt	265.945	306.471
Cd	228.802	226.502	Sb	206.833	217.581
Co	228.616	238.892	Se	196.090	203.985
Cr	205.560	283.563	Si	251.611	—
Cu	324.754	—	Sn	189.989	—
Fe	259.940	—	Te	214.281	238.578
Mg	280.270	285.213	Ti	336.121	—
Mn	260.569	257.610	Zn	206.200	213.856

注 1: 由于设备型号不同,193.695 也是 As 的推荐波长。
注 2: 由于设备型号不同,196.026 也是 Se 的推荐波长。

中华人民共和国
国家标准
高含量银合金首饰 银含量的测定
ICP 差减法

GB/T 38162—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

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

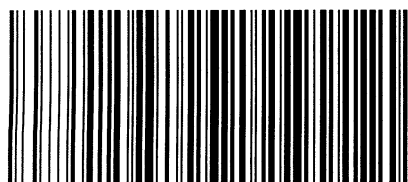
*

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

*

书号: 155066·1-63604 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 38162—2019

打印日期: 2019年10月25日

