



# 中华人民共和国国家标准

GB/T 21198.2—2007

## 贵金属合金首饰中贵金属含量的测定 ICP 光谱法

### 第2部分：铂合金首饰 铂含量的测定 采用所有微量元素与铂强度比值法

Determination of precious metals in precious metals jewellery alloys—  
Method using ICP spectrometry—

Part 2: Platinum jewellery alloys—Determination of platinum—Method using the  
intensity ratios of all minor constituents with reference to platinum

2007-11-12 发布

2008-07-01 实施



中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局  
中国国家标准化管理委员会

发布

## 前 言

GB/T 21198《贵金属合金首饰中贵金属含量的测定 ICP 光谱法》共分为六个部分：

- 第 1 部分：铂合金首饰 铂含量的测定 采用钇为内标；
- 第 2 部分：铂合金首饰 铂含量的测定 采用所有微量元素与铂强度比值法；
- 第 3 部分：钯合金首饰 钯含量的测定 采用钇为内标；
- 第 4 部分：999‰贵金属合金首饰 贵金属含量的测定 差减法；
- 第 5 部分：999‰银合金首饰 银含量的测定 差减法；
- 第 6 部分：差减法。

本部分为 GB/T 21198 的第 2 部分。

本部分参照 ISO /DIS 14138-2:2001《铂合金首饰中铂含量的测定 ICP 光谱法(采用所有微量元素与铂的强度比值法)》编写,与 ISO/DIS 14138-2 主要有以下技术性差异：

- 将规范性引用文件中引用国际标准改为我国国家标准 GB 11887；
- 按照我国标准的编写要求对试剂的规格做了规定；
- 由于目前国际国内均无适合的制样标准,因此删除了原文中的第 7 章和第 10 章的 b)。

为便于使用,本部分还做了下列编辑性修改：

- “本国际标准”一词改为“本部分”；
- 用小数点“.”代替作为小数点的逗号“,”；
- 用“mL”代替“cm<sup>3</sup>”；
- 删除国际标准的前言和附录 C(比对试验结果)。

本部分的附录 A 为规范性附录,附录 B 为资料性附录。

本部分由中国轻工业联合会提出。

本部分由全国首饰标准化技术委员会(SAC/TC 256)归口。

本部分起草单位：国家首饰质量监督检验中心。

本部分主要起草人：李武军、李玉鹃、李素青、沈洋。

# 贵金属合金首饰中贵金属含量的测定

## ICP 光谱法

### 第 2 部分:铂合金首饰 铂含量的测定

#### 采用所有微量元素与铂强度比值法

#### 1 范围

GB/T 21198 的本部分规定了应用 ICP 光谱仪采用所有微量元素与铂强度比值法测定铂合金首饰中杂质元素的总量来确定铂含量的方法。

本部分适用于 GB 11887 所规定铂首饰的纯度范围。

注 1: 铂合金中可能含有钯,铜,金,铱,钌,铑,钴,镍,铬,钨,镍,铁,锌,镉,镁,锡,铝,锰,钛,铅和银。如果样品中各元素含量超过表 1 中列举的数值,此方法不适用。

注 2: 本方法假设样品中含有除表 1 所列元素以外的所有金属和非金属元素的含量不超过 0.1%。这个假设需要证实。

表 1 合金元素和杂质的最大浓度

以%表示

元素	上限	元素	上限
Pd	180	Ni	60
Pt	990	Fe	5
Cu	180	Zn	5
Au	60	Cd	5
Ir	60	Mg	5
Ru	60	Sn	5
Rh	60	Al	5
Co	60	Mn	5
Ga	60	Ti	5
Cr	60	Pb	5
In	60	Ag	4

#### 2 规范性引用文件

下列文件中的条款通过 GB/T 21198 的本部分的引用而成为本部分的条款。凡是注日期的引用文件,其随后所有的修改单(不包括勘误的内容)或修订版均不适用于本部分,然而,鼓励根据本部分达成协议的各方研究是否可使用这些文件的最新版本。凡是不注日期的引用文件,其最新版本适用于本部分。

GB 11887 首饰 贵金属纯度的规定及命名方法(GB 11887—2002,ISO 9202:1991,NEQ)

#### 3 方法原理

将样品溶解于王水中。应用 ICP 光谱仪同时测定样品中所有元素的发射强度,计算铂与每一元素

的强度比值,通过强度比值与校准方程计算铂与每一元素的浓度比值。通过将每一元素(除铂)与铂的浓度比值进行加权计算获得铂的含量。

## 4 试剂和材料

### 4.1 概要

除非另有说明,在分析中仅使用确认为分析纯的试剂和蒸馏水或去离子水或相当纯度的水。

除金属铂以外,其他金属中铂的含量应低于0.1%。铂,钯,铜和金纯度至少为999.9%。铱,钌,铑氧化物中铂占总金属含量应低于0.1%。所有金属杂质的总量不超过1%。

### 4.2 试剂

4.2.1 盐酸:质量分数为36%~38%, $\rho=1.19$  g/mL。

4.2.2 硝酸:质量分数为65%~68%, $\rho=1.40$  g/mL。

### 4.3 储存溶液

4.3.1 金储存溶液(1 300  $\mu\text{g}/\text{mL}$ ):称取(650±0.01)mg金,在200 mL烧杯中加热溶于盐酸(4.2.1)40 mL和硝酸(4.2.2)10 mL中,溶液冷却后在容量瓶中加水定容至500 mL。

4.3.2 铱储存溶液(1 300  $\mu\text{g}/\text{mL}$ ):称取1 200 mg三水合氯化铱( $\text{IrCl}_3 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$ ),转移至500 mL烧杯中,加入水300 mL和盐酸(4.2.1)50 mL溶解,于500 mL容量瓶中定容至刻度。

溶液中实际含铱量的测定见附录A。

4.3.3 钌储存溶液(1 300  $\mu\text{g}/\text{mL}$ ):称取1 690 mg三水合氯化钌( $\text{RuCl}_3 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$ ),转移至500 mL烧杯中,加入水300 mL和盐酸(4.2.1)50 mL溶解,于500 mL容量瓶中定容至刻度。

溶液中实际含钌量的测定见附录A。

4.3.4 铑储存溶液(1 300  $\mu\text{g}/\text{mL}$ ):称取1 670 mg三水合氯化铑( $\text{RhCl}_3 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$ ),转移至500 mL烧杯中,加入水300 mL和盐酸(4.2.1)50 mL溶解,于500 mL容量瓶中定容至刻度。

溶液中实际含铑量的测定见附录A。

4.3.5 钴储存溶液(1 300  $\mu\text{g}/\text{mL}$ ):称取(650±0.01)mg钴,在200 mL烧杯中加热溶于水15 mL和硝酸(4.2.2)15 mL溶液中。溶液冷却后在容量瓶中加水定容至500 mL。

4.3.6 镓储存溶液(1 300  $\mu\text{g}/\text{mL}$ ):称取(650±0.01)mg镓,在200 mL烧杯中加热溶于25 mL水和25 mL盐酸(4.2.1)溶液中。溶液冷却后在容量瓶中加水定容至500 mL。

4.3.7 铬储存溶液(1 300  $\mu\text{g}/\text{mL}$ ):称取(650±0.01)mg铬,在200 mL烧杯中加热溶于水15 mL和盐酸(4.2.1)15 mL溶液中。溶液冷却后在容量瓶中加水定容至500 mL。

4.3.8 铟储存溶液(1 300  $\mu\text{g}/\text{mL}$ ):称取(650±0.01)mg铟,在200 mL烧杯中加热溶于15 mL水和15 mL硝酸(4.2.2)溶液中,溶液冷却后在容量瓶中加水定容至500 mL。

4.3.9 镍储存溶液(1 300  $\mu\text{g}/\text{mL}$ ):称取(650±0.01)mg镍,在200 mL烧杯中加热溶于水15 mL和硝酸(4.2.2)15 mL溶液中,溶液冷却后在容量瓶中加水定容至500 mL。

4.3.10 铁储存溶液(110  $\mu\text{g}/\text{mL}$ ):称取(55±0.01)mg铁,在100 mL烧杯中加热溶于水10 mL和盐酸(4.2.1)10 mL溶液中,溶液冷却后在容量瓶中加水定容至500 mL。

4.3.11 锌储存溶液(110  $\mu\text{g}/\text{mL}$ ):称取(55±0.01)mg锌,在100 mL烧杯中加热溶于水10 mL和盐酸(4.2.1)10 mL溶液中,溶液冷却后在容量瓶中加水定容至500 mL。

4.3.12 镉储存溶液(110  $\mu\text{g}/\text{mL}$ ):称取(55±0.01)mg镉,在100 mL烧杯中加热溶于水10 mL和硝酸(4.2.2)10 mL溶液中,溶液冷却后在容量瓶中加水定容至500 mL。

4.3.13 镁储存溶液(110  $\mu\text{g}/\text{mL}$ ):称取(55±0.01)mg镁,在100 mL烧杯中加热溶于水30 mL和盐酸(4.2.1)5 mL溶液中,溶液冷却后在容量瓶中加水定容至500 mL。

4.3.14 锡储存溶液(110  $\mu\text{g}/\text{mL}$ ):称取(55±0.01)mg锡,在100 mL烧杯中溶于热盐酸(4.2.1)30 mL中,溶液冷却后在容量瓶中加盐酸(4.2.1)200 mL用水定容至500 mL。

4.3.15 铝储存溶液(110  $\mu\text{g}/\text{mL}$ ):称取(55 $\pm$ 0.01)mg 铝,在 100 mL 烧杯中加热溶于水 20 mL 和盐酸(4.2.1)20 mL 溶液中,溶液冷却后在容量瓶中加水定容至 500 mL。

4.3.16 锰储存溶液(110  $\mu\text{g}/\text{mL}$ ):称取(55 $\pm$ 0.01)mg 锰,在 100 mL 烧杯中加热溶于 10 mL 水和盐酸(4.2.1)10 mL 溶液中,溶液冷却后在容量瓶中加水定容至 500 mL。

4.3.17 钛储存溶液(110  $\mu\text{g}/\text{mL}$ ):称取(55 $\pm$ 0.01)mg 钛,在 100 mL 烧杯中加热溶于水 10 mL 和盐酸(4.2.1)10 mL 溶液中,溶液冷却后在容量瓶中加入盐酸(4.2.1)200 mL 定容至 500 mL。

4.3.18 铅储存溶液(110  $\mu\text{g}/\text{mL}$ ):称取(55 $\pm$ 0.01)mg 铅,在 100 mL 烧杯中加热溶于 10 mL 水和硝酸(4.2.2)10 mL 溶液中,溶液冷却后在容量瓶中加水定容至 500 mL。

4.3.19 银储存溶液(100  $\mu\text{g}/\text{mL}$ ):称取(50 $\pm$ 0.01)mg 银,在 100 mL 烧杯中加热溶于水 20 mL 和硝酸(4.2.2)20 mL 溶液中,溶液冷却后在容量瓶中加水定容至 500 mL。

#### 4.4 校正溶液

4.4.1 溶液 A:称取(900 $\pm$ 0.01)mg 铂,在 300 mL 烧杯中加热溶于盐酸(4.2.1)45 mL 和硝酸(4.2.2)15 mL 混合酸中。小心加热直到成浆糊状。产品溶液冷却后溶解于盐酸(4.2.1)80 mL 和硝酸(4.2.2)20 mL 混合酸中,在容量瓶中加水定容至 1 000 mL。

4.4.2 溶液 B:称取(900 $\pm$ 0.01)mg 铂和(50 $\pm$ 0.01)mg 钯,在 500 mL 烧杯中加热溶于盐酸(4.2.1)45 mL 和硝酸(4.2.2)15 mL 混合酸中。分别加入金(4.3.1),铀(4.3.2),钷(4.3.3),铈(4.3.4),钴(4.3.5),镍(4.3.9),铁(4.3.10),锌(4.3.11)和镉(4.3.12)的储存溶液 10 mL。小心加热直到成浆糊状。冷却,溶于盐酸(4.2.1)80 mL 和硝酸(4.2.2)20 mL 混合酸中,在容量瓶中加水定容至 1 000 mL。

4.4.3 溶液 C:称取(900 $\pm$ 0.01)mg 铂和(100 $\pm$ 0.01)mg 钯,在 1 000 mL 烧杯中加热溶于盐酸(4.2.1)45 mL 和硝酸(4.2.2)15 mL 混合酸中。分别加入金(4.3.1),铀(4.3.2),钷(4.3.3),铈(4.3.4),钴(4.3.5),镍(4.3.9),铁(4.3.10),锌(4.3.11)和镉(4.3.12)的储存溶液 30 mL。小心加热直到成浆糊状。冷却,溶于盐酸(4.2.1)80 mL 和硝酸(4.2.2)20 mL 混合酸中,在容量瓶中加水定容至 1 000 mL。

4.4.4 溶液 D:称取(900 $\pm$ 0.01)mg 铂和(200 $\pm$ 0.01)mg 钯,在 1 000 mL 烧杯中加热溶于盐酸(4.2.1)45 mL 和硝酸(4.2.2)15 mL 混合酸中。分别加入金(4.3.1),铀(4.3.2),钷(4.3.3),铈(4.3.4),钴(4.3.5),镍(4.3.9),铁(4.3.10),锌(4.3.11)和镉(4.3.12)的储存溶液 50 mL。小心加热直到成浆糊状。冷却,溶于盐酸(4.2.1)80 mL 和硝酸(4.2.2)20 mL 混合酸中,在容量瓶中加水定容至 1 000 mL。

4.4.5 溶液 E:称取(900 $\pm$ 0.01)mg 铂和(50 $\pm$ 0.01)mg 铜,在 500 mL 烧杯中加热溶于盐酸(4.2.1)45 mL 和硝酸(4.2.2)15 mL 混合酸中。分别加入镓(4.3.6),铬(4.3.7),铟(4.3.8),镁(4.3.13),铝(4.3.15),锰(4.3.16),钛(4.3.17)和铅(4.3.18)的储存溶液 10 mL。小心加热直到成浆糊状。冷却,溶于盐酸(4.2.1)80 mL 和硝酸(4.2.2)20 mL 混合酸中,在容量瓶中加水定容至 1 000 mL。

4.4.6 溶液 F:称取(900 $\pm$ 0.01)mg 铂和(100 $\pm$ 0.01)mg 铜,在 1 000 mL 烧杯中加热溶于盐酸(4.2.1)45 mL 和硝酸(4.2.2)15 mL 混合酸中。分别加入镓(4.3.6),铬(4.3.7),铟(4.3.8),镁(4.3.13),铝(4.3.15),锰(4.3.16),钛(4.3.17)和铅(4.3.18)的储存溶液 30 mL,小心加热直到成浆糊状。冷却,溶于盐酸(4.2.1)80 mL 和硝酸(4.2.2)20 mL 混合酸中,在容量瓶中定容至 1 000 mL。

4.4.7 溶液 G:称取(900 $\pm$ 0.01)mg 铂和(200 $\pm$ 0.01)mg 铜,在 1 000 mL 烧杯中加热溶于盐酸(4.2.1)45 mL 和硝酸(4.2.2)15 mL 混合酸中。分别加入镓(4.3.6),铬(4.3.7),铟(4.3.8),镁(4.3.13),铝(4.3.15),锰(4.3.16),钛(4.3.17)和铅(4.3.18)的储存溶液 50 mL,小心加热直到成浆糊状。冷却,溶于盐酸(4.2.1)80 mL 和硝酸(4.2.2)20 mL 混合酸中,在容量瓶中定容至 1 000 mL。

4.4.8 溶液 H:称取(900 $\pm$ 0.01)mg 铂,在 3 00 mL 烧杯中加热溶于盐酸(4.2.1)45 mL 和硝酸(4.2.2)15 mL 混合酸中。小心加入锡(4.3.14)储存溶液 10 mL,加热直到成浆糊状。冷却,溶于盐酸(4.2.1)80 mL 和硝酸(4.2.2)20 mL 混合酸中,在容量瓶中定容至 1 000 mL。

- 4.4.9 溶液 I:称取(900±0.01)mg 铂,在 300 mL 烧杯中加热溶于盐酸(4.2.1)45 mL 和硝酸(4.2.2) 15 mL 混合酸中。加入锡(4.3.14)储存溶液 30 mL,小心加热直到成浆糊状。冷却,溶于盐酸(4.2.1) 80 mL 和硝酸(4.2.2)20 mL 混合酸中,在容量瓶中定容至 1 000 mL。
- 4.4.10 溶液 J:称取(900±0.01)mg 铂,在 300 mL 烧杯中加热溶于盐酸(4.2.1)45 mL 和硝酸(4.2.2)15 mL 混合酸中。加入锡(4.3.14)储存溶液 50 mL,小心加热直到成浆糊状。冷却,溶于盐酸(4.2.1)80 mL 和硝酸(4.2.2)20 mL 混合酸中,在容量瓶中定容至 1 000 mL。
- 4.4.11 溶液 K:称取(900±0.01)mg 铂,在 300 mL 烧杯中加热溶于盐酸(4.2.1)45 mL 和硝酸(4.2.2)15 mL 混合酸中。加入银(4.3.19)储存溶液 10 mL,小心加热直到成浆糊状。冷却,溶于盐酸(4.2.1)80 mL 和硝酸(4.2.2)20 mL 混合酸中,在容量瓶中定容至 1 000 mL。
- 4.4.12 溶液 L:称取(900±0.01)mg 铂,在 300 mL 烧杯中加热溶于盐酸(4.2.1)45 mL 和硝酸(4.2.2)15 mL 混合酸中。加入银(4.3.19)储存溶液 20 mL,小心加热直到成浆糊状。冷却,溶于盐酸(4.2.1)80 mL 和硝酸(4.2.2)20 mL 混合酸中,在容量瓶中定容至 1 000 mL。
- 4.4.13 溶液 M:称取(900±0.01)mg 铂,在 300 mL 烧杯中加热溶于盐酸(4.2.1)45 mL 和硝酸(4.2.2)15 mL 混合酸中。加入银(4.3.19)储存溶液 50 mL,小心加热直到成浆糊状。冷却,溶于盐酸(4.2.1)80 mL 和硝酸(4.2.2)20 mL 混合酸中,在容量瓶中定容至 1 000 mL。
- 4.4.14 溶液 N:称取(900±0.01)mg 铂和(200±0.01) mg 铜,在 1 000 mL 烧杯中加热溶于盐酸(4.2.1)45 mL 和硝酸(4.2.2)15 mL 混合酸中。小心加热直到成浆糊状。冷却,溶于盐酸(4.2.1) 80 mL 和硝酸(4.2.2)20 mL 混合酸中,在容量瓶中定容至 1 000 mL。
- 4.4.15 溶液 P:称取(900±0.01)mg 铂,在 300 mL 烧杯中加热溶于盐酸(4.2.1)45 mL 和硝酸(4.2.2)15 mL 混合酸中。小心加入铋储存溶液(4.3.2)100 mL,加热直到成浆糊状。冷却,溶于盐酸(4.2.1)80 mL 和硝酸(4.2.2)20 mL 混合酸中,在容量瓶中定容至 1 000 mL。

5 仪器

常规实验室仪器及下列仪器:

- 5.1 电感耦合等离子体发射光谱仪(简称 ICP 光谱仪):可多元素同时测量。  
有以下特性的光谱仪可获得满意的结果:  
——线性色散率:0.5 nm/mm;  
——光学分辨率:0.02 nm;  
——高频工作功率:1.2 kW。
- 5.2 微量天平:感量为 0.01 mg。

6 准备

6.1 测定校准方程的系数

6.1.1 概要

每一元素的发射强度比值和浓度比值之间的关系用式(1)表示:

$$c_i = \alpha_i \times Q_i + \beta_i \dots\dots\dots (1)$$

式中:

- $c_i$ ——每一元素校正溶液的浓度比值;
  - $Q_i$ ——每一元素校正溶液发射强度比平均值。
- 校准系数( $\alpha_i, \beta_i$ )按 6.1.3 确定。

注:每次更新校正溶液时需测定校正因素以修正漂移(见 6.2)。

6.1.2 测定校正溶液的发射强度

多元素同时测量的 ICP 光谱仪用于测定强度。

将 ICP 炬管点火,待仪器稳定后测试。首先将标准溶液引入氩等离子体中 40 s,测量 5 次,在表 2 所示的波长位置测量铂的发射强度 ( $I_{Pt}$ ) 和其他元素的发射强度 ( $I_i$ )。校正溶液 A~校正溶液 M(4.4.1~4.4.13)分成四组 [A, B, C, D], [A, E, F, G], [A, H, I, J] 和 [A, K, L, M]。每一组分别测量。

表 2 各元素推荐的波长

单位为纳米

元素	波长	元素	波长	元素	波长
铂	265.95	钴	238.89	镁	279.55
	306.47	镓	294.36	锡	189.99
钡	340.46	铬	283.56	铝	396.15
铜	324.75	铟	303.93	锰	257.61
金	267.60	镍	231.60	钛	334.94
铀	322.08	铁	259.94	铅	220.35
钇	372.80	锌	213.86	银	328.07
铯	343.49	镉	228.80		

注: 如果镍含量超过 5%, 则不能使用 306.47 nm 的铂线。

6.1.3 计算校准系数

应用式(2)计算铂的发射强度 ( $I_{Pt}$ ) 和其他元素的发射强度 ( $I_i$ ) 的比值 ( $q_i$ ):

$$q_i = I_i / I_{Pt} \dots\dots\dots (2)$$

应用式(3)计算强度比值平均值 ( $Q_i$ ) (也称平均强度比值):

$$Q_i = \frac{\sum_{n=1}^5 q_i}{5} \dots\dots\dots (3)$$

应用式(4)和式(5)计算校准方程系数 ( $\alpha_i, \beta_i$ ):

$$\alpha_i = \frac{4 \times \sum (c_i \times Q_i) - \sum c_i \times \sum Q_i}{4 \times \sum (Q_i)^2 - (\sum Q_i)^2} \dots\dots\dots (4)$$

$$\beta_i = \frac{\sum c_i \times \sum (Q_i)^2 - (\sum Q_i) \times \sum (c_i \times Q_i)}{4 \times \sum (Q_i)^2 - (\sum Q_i)^2} \dots\dots\dots (5)$$

式中:

$\alpha_i, \beta_i$ ——元素  $i$  的校准系数;

$c_i$ ——每一校正溶液中元素  $i$  的浓度比值;

$Q_i$ ——相对应元素  $i$  浓度比值 ( $c_i$ ) 的平均强度比值;

$\sum c_i$ ——每一组的四种溶液中元素  $i$  的浓度比值 ( $c_i$ ) 的总和(参见 6.1.1 的注);

$\sum Q_i$ ——每一组的四种溶液中元素  $i$  的平均强度比值 ( $Q_i$ ) 的总和(参见 6.1.1 的注);

$\sum (Q_i)^2$ ——每一组的四种溶液中元素  $i$  的平均强度比值 ( $Q_i$ ) 平方的总和(参见 6.1.1 的注);

$\sum (c_i \times Q_i)$ ——溶液浓度比值 ( $c_i$ ) 和相应的平均强度比值 ( $Q_i$ ) 乘积的总和。

6.2 测定漂移校准的基本强度比值

由于采用 ICP 光谱仪测定发射强度可能随时间而稍有变化,有必要校准这种漂移。基于此,采用以下描述的平均基本强度比值(见 7.3)。

测定溶液 A(4.4.1)中每一元素 ( $i$ ) 的平均基本强度比值 ( $Q_{Si}^A$ ), 同时测定溶液 D(4.4.4)中钡, 金, 铀, 钇, 铯, 钴, 镍, 铁, 锌和镉; 溶液 G(4.4.7)中铜, 镓, 铬, 铟, 镁, 铝, 锰, 钛和铅; 溶液 J(4.4.10)中锡和溶液 M(4.4.13)中银的平均基本强度比值。除溶液 A 以外, 其他溶液中各元素的平均基本强度比值表示为  $Q_{Si}^H$ 。

6.3 测定光谱重叠校准系数

铜影响锌(213.86 nm)和铱(322.08 nm)的发射强度。同时,铱影响铟(303.93 nm)的发射强度。因此需要应用光谱重叠校准系数对锌,铱和铟的发射强度进行校准。

6.3.1 铜光谱重叠校准系数计算(校准锌)

如 6.1.1 所述,测量校正溶液 A(4.4.1)和溶液 N(4.4.14)中锌和铂的发射强度。根据每一溶液中锌和铂的发射强度比值计算锌和铂的平均强度比值( $Q_{Zn,A}, Q_{Zn,N}$ ),按式(6)计算铜的光谱重叠校准系数。

$$K_{Zn/Cu} = \frac{\alpha_{Zn}}{c_{Cu,N}} \times (Q_{Zn,N} - Q_{Zn,A}) \dots\dots\dots (6)$$

式中:

- $K_{Zn/Cu}$ ——铜光谱重叠校准系数(校准锌);
- $\alpha_{Zn}$ ——锌的校准系数;
- $c_{Cu,N}$ ——溶液 N 中铜与铂的浓度比值;
- $Q_{Zn,N}$ ——溶液 N 中锌平均强度比值;
- $Q_{Zn,A}$ ——溶液 A 中锌平均强度比值。

6.3.2 铜光谱重叠校准系数计算(校准铱)

如 6.1.1 所述,测量校正溶液 A(4.4.1)和溶液 N(4.4.14)中铱和铂的发射强度。根据每一溶液中铱和铂的发射强度比值计算铱和铂的平均强度比值( $Q_{Ir,A}, Q_{Ir,N}$ ),按式(7)计算铜的光谱重叠校准系数。

$$K_{Ir/Cu} = \frac{\alpha_{Ir}}{c_{Cu,N}} \times (Q_{Ir,N} - Q_{Ir,A}) \dots\dots\dots (7)$$

式中:

- $K_{Ir/Cu}$ ——铜光谱重叠校准系数(校准铱);
- $\alpha_{Ir}$ ——铱的校准系数;
- $c_{Cu,N}$ ——溶液 N 中铜与铂的浓度比值;
- $Q_{Ir,N}$ ——溶液 N 中铱平均强度比值;
- $Q_{Ir,A}$ ——溶液 A 中铱平均强度比值。

6.3.3 铱光谱重叠校准系数计算(校准铟)

如 6.1.1 所述,测量校正溶液 A(4.4.1)和溶液 P(4.4.15)中铟和铂的发射强度。根据每一溶液中铟和铂的发射强度比值计算铟和铂的平均强度比值( $Q_{In,A}, Q_{In,P}$ ),按式(8)计算铱的光谱重叠校准系数。

$$K_{In/Ir} = \frac{\alpha_{In}}{c_{Ir,P}} \times (Q_{In,P} - Q_{In,A}) \dots\dots\dots (8)$$

式中:

- $K_{In/Ir}$ ——铱光谱重叠校准系数(校准铟);
- $\alpha_{In}$ ——铟的校准系数;
- $c_{Ir,P}$ ——溶液 P 中铱与铂的溶液比值;
- $Q_{In,P}$ ——溶液 P 中铟平均强度比值;
- $Q_{In,A}$ ——溶液 A 中铟平均强度比值。

7 分析步骤

7.1 样品半定量分析

对样品进行半定量分析,大致估计元素的含量。如果样品中存在一些表 1 中未列举的其他元素,则应采取下列步骤:

- a) 如果表 1 中未列的元素的总含量低于 0.1%,则其影响可以忽略不计,此方法不用修正。
- b) 如果表 1 中未列的元素的总含量超过 0.1%,采用其他的分析方法可以测量这些元素总的含



量,应用附录 B 中的公式修正铂的测量结果。

c) 如果表 1 中未列的元素的总含量超过 0.1%,但总含量未知,此方法不适用。

## 7.2 样品溶液制备

称取(90±0.2)mg 铂,在 100 mL 烧杯中加热溶于盐酸(4.2.1)30 mL 和硝酸(4.2.2)10 mL 混合酸中。加热直到成浆糊状。冷却,加入盐酸(4.2.1)8 mL 和硝酸(4.2.2)2 mL 混合酸中,在容量瓶中定容至 100 mL。

注:为加快溶解,需要减少样品的厚度。如果样品中含有铍、钨或铈时,需要在高压条件下溶解。

## 7.3 测定漂移校准系数

分析一系列的样品过程中,在测量初期需测定漂移校准系数,之后每隔 1 h 需进行漂移校准。

测定校正溶液中每一元素的强度,可以确定漂移校准系数。

如 7.4 所述,在同样条件下测定校正溶液 A、溶液 D、溶液 G、溶液 J 和溶液 M 中每一元素的发射强度,如 6.2 所述,计算平均强度比值。

漂移系数校准计算:

采用式(9)和式(10)计算漂移校准系数( $\gamma_i$  和  $\delta_i$ ):

$$\gamma_i = \frac{(Q_{b_i}^H \times Q_{s_i}^L) - (Q_{b_i}^L \times Q_{s_i}^H)}{Q_{b_i}^H - Q_{b_i}^L} \dots\dots\dots (9)$$

$$\delta_i = \frac{Q_{s_i}^H - Q_{s_i}^L}{Q_{b_i}^H - Q_{b_i}^L} \dots\dots\dots (10)$$

式中:

$\gamma_i$  和  $\delta_i$ ——元素  $i$  的漂移校准系数;

$Q_{s_i}^L, Q_{s_i}^H$ ——6.2 测定的元素( $i$ )平均基本强度比值;

$Q_{b_i}^L, Q_{b_i}^H$ ——7.3 元素( $i$ )平均强度比值。

## 7.4 测定样品的发射强度

如下所述,每个样品测量 5 次,用发射强度计算铂的含量。

## 8 结果的表示

### 8.1 概要

如 7.2~7.4 所述,通过 5 次测定每一样品溶液的发射强度,计算铂含量。

### 8.2 校正漂移

#### 8.2.1 平均强度比值计算

应用式(11)计算每一元素( $i$ )与铂的平均强度比值( $Q_i$ ):

$$Q_i' = \sum_{n=1}^5 \frac{I_i}{I_{Pt}} / 5 \dots\dots\dots (11)$$

式中:

$Q_i'$ ——样品溶液中的平均强度比值;

$I_i$ ——7.4 测定的样品溶液中每一元素( $i$ )的发射强度;

$I_{Pt}$ ——7.4 测定的样品溶液中铂的发射强度。

#### 8.2.2 漂移校准系数计算

应用式(12)计算漂移校准系数:

$$Q_i' = \delta_i \times Q_i'' + \gamma_i \dots\dots\dots (12)$$

式中:

$Q_i'$ ——校准漂移后元素( $i$ )的平均强度比值;

$\gamma_i, \delta_i$ ——7.3 测定的元素( $i$ )的漂移校准系数;

$Q'_i$ ——8.2.1 测定的元素( $i$ )的平均强度比值。

8.2.3 校准光谱重叠影响之前计算浓度比值

应用式(13)计算每一元素( $i$ )与铂的浓度比值  $c'_i$ ：

$$c'_i = \alpha_i \times Q'_i + \beta_i \dots\dots\dots (13)$$

式中：

$c'_i$ ——元素( $i$ )与铂的浓度比值；

$\alpha_i, \beta_i$ ——6.1.2 测定的元素( $i$ )校准系数；

$Q'_i$ ——8.2.2 测定元素( $i$ )漂移校准的平均强度比值。

8.3 校准光谱重叠的影响

8.3.1 应用式(14)校准铜对锌的影响

$$c_{Zn} = c'_{Zn} - K_{Zn/Cu} \times c'_{Cu} \dots\dots\dots (14)$$

式中：

$c_{Zn}$ ——校准铜影响后锌与铂的浓度比值；

$c'_{Zn}$ ——8.2.3 校准铜影响之前锌与铂的浓度比值；

$K_{Zn/Cu}$ ——6.3.1 测定的铜对锌的光谱重叠校准系数；

$c'_{Cu}$ ——8.2.3 获得的铜与铂的浓度比值。

8.3.2 应用式(15)校准铜对铱的影响

$$c_{Ir} = c'_{Ir} - K_{Ir/Cu} \times c'_{Cu} \dots\dots\dots (15)$$

式中：

$c_{Ir}$ ——校准铜影响后铱与铂的浓度比值；

$c'_{Ir}$ ——8.2.3 获得的校准铜影响之前铱与铂的浓度比值；

$K_{Ir/Cu}$ ——6.3.2 测定的铜对铱的光谱重叠校准系数；

$c'_{Cu}$ ——8.2.3 获得的铜与铂的浓度比值。

8.3.3 应用式(16)校准铱对铟的影响

$$c_{In} = c'_{In} - K_{In/Ir} \times c_{Ir} \dots\dots\dots (16)$$

式中：

$c_{In}$ ——校准铱影响后铟与铂的浓度比值；

$c'_{In}$ ——8.2.3 获得的校准铱影响之前铟与铂的浓度比值；

$K_{In/Ir}$ ——6.3.3 测定的铱对铟的光谱重叠校准系数；

$c_{Ir}$ ——8.3.2 获得的校准铜影响后铱与铂的浓度比值。

8.4 计算铂的含量

应用式(17)计算铂的含量。如果8.2.3中获得的浓度比值( $c'_i$ )不受光谱重叠的影响,在下列方程中由  $c'_i$  代替。

$$W_{Pt}(\%) = \frac{1}{1 + \sum c_i} \times 1000 \dots\dots\dots (17)$$

式中：

$W_{Pt}$ ——铂的含量,‰；

$\sum c_i$ ——每一元素(除铂)与铂浓度比值( $c_i$ )的总和。

计算结果表示到个位。

如果由  $W_{Pt}$  计算的铂的含量超过(90±0.2)mg 范围,样品应重新称量分析,直到铂的含量在(90±0.2)mg 范围内。

8.5 重现性

平行测定结果的绝对差值应小于3‰。如大于该值,应重新实验。

## 9 试验报告

试验报告应至少包括以下信息：

- 样品的识别：包括样品来源、接收日期和形状；
- 使用的标准（包括发布或出版年号）；
- 样品铂含量的千分值，包括单个样品的值及平均值，按第 8 章的规定计算；
- 如有必要，应有与本部分方法规定的分析步骤的差异；
- 测定的元素和波长；
- 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；
- 实验室负责人和操作人员的签名。

附录 A  
(规范性附录)

铍、钕、铈储存溶液中铍量、钕量、铈量的测定

A.1 概要

难以直接用铍、钕、铈纯金属配置储存溶液,一般选用其氯化物。但是用氯化物配置的储存溶液,其含量不确定,需要准确测定铍、钕、铈的含量。以下为这三个元素的分析方法。

A.2 试剂

A.2.1 稀硫酸(1+19)。

A.2.2 盐酸:质量分数为 38%, $\rho=1.19$  g/mL。

A.2.3 稀盐酸(1+12)。

A.2.4 滤纸:无灰分,中速。

A.3 储存溶液中金属元素的测试方法

A.3.1 概述

每个试样需平行测定。

A.3.2 铍储存溶液

取铍储存溶液(4.3.2)100 mL 置于 300 mL 烧杯中,缓慢加入 3 g 锌粉。

一段时间后,溶液仍未变色,再补加少量锌粉和稀盐酸(A.2.3)2 mL~3 mL。

当溶液变为无色,加适量盐酸(A.2.2),并缓慢加热溶解残余锌粉。过滤,用稀盐酸(A.2.3)和温水冲洗干净。将沉淀和滤纸转移至已称量的坩埚,缓慢加热坩埚,烘干滤纸,然后在 500°C 下,烧焦滤纸。在 700°C~800°C 下,在有氢气存在下,保持 15 min。在氮气或二氧化碳气氛中,冷却到室温,称量得铍量。

A.3.3 钕储存溶液

取钕储存溶液(4.3.3)100 mL 置于 300 mL 烧杯中,加热直至沸腾,通入硫化氢直至饱和。继续加热直至溶液变为无色。过滤,用稀盐酸(A.2.3)和温水冲洗干净。将沉淀和滤纸转移至已称量的坩埚,缓慢加热坩埚,烘干滤纸,然后在 500°C 下,烧焦滤纸。在 700°C~800°C 下,在有氢气存在下,保持 15 min。在氮气或二氧化碳气氛中,冷却到室温,称量得钕量。

A.3.4 铈储存溶液

取铈储存溶液(4.3.4)100 mL 置于 300 mL 烧杯中,缓慢加入锌粉直至溶液变为无色。

当溶液为无色时,加入少量稀硫酸(A.2.1),溶解过量锌粉,过滤,用水冲洗干净。将沉淀和滤纸转移至已称量的坩埚,缓慢加热坩埚,烘干滤纸,然后在 500°C 下,烧焦滤纸。在 700°C~800°C 下,在有氢气存在下,保持 15 min。在氮气或二氧化碳气氛中,冷却到室温,称量得铈量。

**附 录 B**  
**(资料性附录)**  
**铂分析结果的修正**

**B.1 概述**

如果用其他的方法测得表 1 中未列元素的总含量大于 0.01%，用以下方法进行修正。

**B.2 表 1 中未列元素含量的测定**

表 1 中未列元素的总含量大于 0.01%，记录下来(见 7.1)。用发射光谱仪，电感耦合等离子体发射光谱仪或原子吸收光谱仪及其他的方法分析这些元素的含量。

**B.3 结果修正**

用式(B.1)修正：

$$W_{\text{Pt}}(\%) = \frac{1}{1 + \sum c_i} \times \frac{100 - \sum X}{100} \times 1\,000 \dots\dots\dots (\text{B.1})$$

式中：

$W_{\text{Pt}}$ ——铂的含量，%；

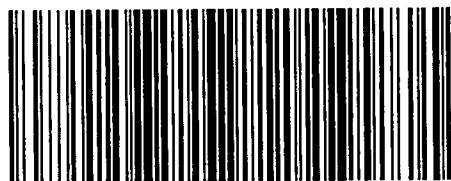
$\sum c_i$ ——每一元素(除铂)与铂浓度比值( $c_i$ )的总和；

$\sum X$ ——表 1 中未列元素的总含量。

计算结果保留到个位。

参 考 文 献

- [1] ISO /DIS 14138-2:2001 铂合金首饰中铂含量的测定 ICP 光谱法(采用所有微量元素与铂的强度比值法)
- 



GB/T 21198.2—2007

版权专有 侵权必究

\*

书号:155066·1-30780

定价: 16.00 元

中 华 人 民 共 和 国  
国 家 标 准  
贵金属合金首饰中贵金属含量的测定  
ICP 光谱法  
第 2 部分:铂合金首饰 铂含量的测定  
采用所有微量元素与铂强度比值法  
GB/T 21198.2—2007

\*

中国标准出版社出版发行  
北京复兴门外三里河北街16号  
邮政编码:100045

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

电话:68523946 68517548

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 1 字数 24 千字  
2008年4月第一版 2008年4月第一次印刷

\*

书号:155066·1-30780 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)68533533