

中华人民共和国国家标准

GB/T 38145—2019
代替 GB/T 21198.4—2007

高含量贵金属合金首饰 金、铂、钯含量的测定 ICP 差减法

High content precious metals jewellery alloys—Determination of gold, platinum and palladium—Difference method using inductively coupled plasma optical emission spectroscopy

(ISO 15093:2015, Jewellery—Determination of precious metals in 999‰ gold, platinum and palladium 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 21198.4—2007《贵金属合金首饰中贵金属含量的测定 ICP 光谱法 第 4 部分:999‰贵金属合金首饰 贵金属含量的测定 差减法》。

本标准与 GB/T 21198.4—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);
- 删除了盐酸储存溶液和硝酸储存溶液(见 2007 年版的 3.4.1 和 3.4.2);
- 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(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 15093:2015《首饰 999‰金、铂、钯合金首饰中贵金属含量的测定 ICP-OES 差减法》。

本标准与 ISO 15093:2015 相比在结构上有较多调整,附录 A 中列出了本标准与 ISO 15093:2015 章条编号差异的对照一览表。

本标准与 ISO 15093:2015 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《高含量贵金属合金首饰 金、铂、钯含量的测定 ICP 差减法》。
- 删除了 ISO 15093:2015 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、秦胜辉、王健、张腾、李玉鹃、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 21198.4—2007

高含量贵金属合金首饰 金、铂、钯含量的测定 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)测定高含量的贵金属合金首饰中的杂质元素含量来确定金合金首饰中的金含量、铂合金首饰中的铂含量、钯合金首饰中的钯含量的方法。

本标准适用于含量为 995.0‰~999.9‰的贵金属合金首饰及贵金属合金。

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

称取贵金属合金样品,溶于王水,制备 10 g/L 溶液。用电感耦合等离子体发射光谱法(ICP-OES)测定杂质含量,用差减法计算贵金属含量。

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 王水:盐酸(4.1)和硝酸(4.2)的体积比为 3:1,使用前配制。

4.4 酸贮存溶液(可以同时含有盐酸和硝酸):附录 C 中表 C.1、表 C.2 或表 C.3 中所有相关元素(分别为 100 mg/L)于 1 mol/L 盐酸(4.1)和 1 mol/L 硝酸(4.2)介质中。

注:配制时可根据元素在不同介质中的稳定性进行分组。

4.5 纯贵金属:含量不低于 999.9‰的金、铂或钯,应测定每个杂质元素的含量。

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。

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

准确称量 500 mg 样品两份,精确至 0.01 mg,转移至 50 mL 烧杯,加 30 mL 王水(见 4.3)。缓慢加热直至样品完全溶解,继续加热赶尽氮氧化物。冷却,转移至 50 mL 容量瓶中,用水定容,混匀。

如有不溶物,应在一定压力下溶解或使用微波消解法。

7.2 校正溶液

称取纯贵金属(见 4.5)500 mg±2.5 mg 两份,精确至 0.01 mg,按 7.1 溶解。

空白溶液:将第一份纯贵金属溶解后,冷却,转移至 50 mL 容量瓶中,用水定容,混匀。

校正溶液:第二份纯贵金属溶解后,冷却,转移至 50 mL 容量瓶中,加入 5 mL 酸贮存溶液(见 4.4)或者相应体积的预期杂质元素,用水定容,混匀。

注:按照样品的基体选择纯贵金属。

7.3 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,以保证基体元素外的每个杂质元素的信号回到基线。

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。

在 8.2 给出的计算方法不包括所选基体(见附录 C)的强度。

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中每个元素的浓度和净强度来计算校正曲线。设定空白溶液和校正溶液中各元素的浓度时应考虑扣除纯贵金属中引入的杂质。

8.2 计算方法

通过校正曲线(见 8.1)和元素 i 的净强度可得到样品溶液中元素 i 的浓度 c_i 。该元素的质量分数(w_i)按式(1)计算。

$$w_i = \frac{c_i \times V_s}{m_s} \dots\dots\dots (1)$$

式中:

w_i ——元素 i 的质量分数,以千分数(‰)表示;

c_i ——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 ——样品溶液的体积,单位为升(L);

m_s ——贵金属样品的质量,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。

贵金属的质量分数 w_{sp} (‰) 按式(2)计算。

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

式中：

w_{sp} ——贵金属的质量分数，以千分数(‰)表示；

$\sum w_i$ ——所有相关元素的质量分数和。

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)；
- 样品贵金属的质量分数(‰)，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 15093 章条编号对照

表 A.1 给出了本标准章条编号与 ISO 15093:2015 章条编号对照一览表。

表 A.1 本标准章条编号与 ISO 15093:2015 章条编号对照

本标准章条编号	对应的 ISO 15093:2015 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
5.1	6.2
5.2	6.3
6	4
7.1	7.1
7.2	7.2
7.3	7.3
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 15093 技术性差异及其原因

表 B.1 给出了本标准与 ISO 15093:2015 的技术性差异及其原因的一览表。

表 B.1 本标准与 ISO 15093:2015 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	“本标准适用于含量为 995.0‰~999.9‰的贵金属合金首饰及贵金属合金。”代替了 ISO 15093:2015 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‰贵金属合金的纯度”	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
8.2	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)

高含量贵金属合金首饰中的杂质元素及推荐波长

测定高含量贵金属合金首饰中的杂质元素及推荐波长见表 C.1~表 C.3。适宜时,可使用其他波长,应注意光学干扰。

表 C.1 铂合金首饰中的杂质元素及推荐波长

单位为纳米

元素	波长	其他可用波长	元素	波长	其他可用波长
Ag	328.068	—	Ni	325.454	231.604
Au	242.795	267.595	Pb	168.220	220.353
Bi	223.061	—	Pt	224.552	273.396
Cd	226.502	—	Pd	340.458	355.308
Co	228.616	238.892	Rh	343.489	—
Cu	324.754	—	Ru	240.272	—
Fe	259.94	—	Sn	189.989	—
Ir	215.278	—	Ti	334.941	—
Mn	257.610	—	Zn	213.856	—
注:表中 Pt 的建议波长为基体线(见 7.3)。					

表 C.2 金合金首饰中的杂质元素及推荐波长

单位为纳米

元素	波长	其他可用波长	元素	波长	其他可用波长
Ag	328.068	—	Ni	352.454	231.604
Au	389.789	302.920	Pb	168.220	220.353
Bi	223.061	—	Pt	306.471	203.646
Cd	228.802	226.502	Pd	340.458	355.308
Co	228.616	238.892	Rh	343.489	—
Cu	324.754	—	Ru	240.272	—
Fe	259.94	—	Sn	189.989	189.927
Ir	215.278	—	Ti	334.941	—
Mn	257.610	—	Zn	213.856	—
注:表中 Au 的建议波长为基体线(见 7.3)。					

表 C.3 钯合金首饰中的杂质元素及推荐波长

单位为纳米

元素	波长	其他可用波长	元素	波长	其他可用波长
Ag	328.068	—	Ni	352.454	231.604
Au	242.795	—	Pb	220.353	—
Bi	223.061	—	Pd	248.892	229.651
Cd	228.802	226.502	Pt	306.471	203.646
Co	228.616	238.892	Rh	343.489	—
Cu	324.754	—	Ru	240.272	—
Fe	259.94	—	Sn	189.989	189.927
Ir	215.278	—	Ti	334.941	—
Mn	257.610	—	Zn	213.856	—
注：表中 Pd 的建议波长为基体线(见 7.3)。					

中 华 人 民 共 和 国
国 家 标 准
高含量贵金属合金首饰
金、铂、钯含量的测定 ICP 差减法
GB/T 38145—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

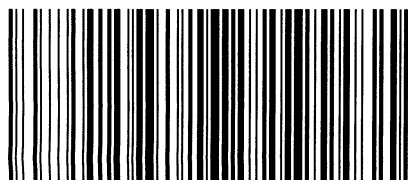
中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷
各地新华书店经销

*

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 • 1-63603 定价 16.00 元



GB/T 38145-2019

打印日期: 2019年10月25日



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