



中华人民共和国国家标准

GB/T 17832—2008
代替 GB/T 17832—1999

银合金首饰 银含量的测定 溴化钾容量法(电位滴定法)

Silver jewellery alloys—Determination of silver—
Volumetric (potentionmetric) method using potassium bromide

(ISO 11427:1993, Determination of silver in silver jewellery alloys—
Volumetric (potentionmetric) method using potassium bromide, MOD)

2008-12-31 发布

2009-07-01 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

本标准修改采用了国际标准 ISO 11427:1993(E)《银合金首饰中银含量的测定 溴化钾容量法(电位滴定法)》(英文版)。

本标准与 GB/T 18996—2003《银合金首饰中含银量的测定 氯化钠或氯化钾容量法(电位滴定法)》具有同等效力。

本标准根据 ISO 11427:1993 重新起草,为便于比较,在附录 A 中列出了本国家标准条款和国际标准条款的对照一览表。

根据我国首饰生产和销售的实际情况,本标准在采用国际标准时进行了修改。有关技术性差异用垂直单线标识在它们所涉及的条款的页边空白处。在附录 B 中给出了这些技术性差异及其原因的一览表以供参考。

本标准代替 GB/T 17832—1999《银合金首饰中含银量的测定 溴化钾容量法(电位滴定法)》。

本标准与 GB/T 17832—1999 的主要区别如下:

- 由等效采用国际标准 ISO 11427:1993 改为修改采用。
- 在前言增加了“本标准与 GB/T 18996 具有同等效力”的明示。
- 适用范围和计算结果采用千分数表示,与 GB 11887 的表示方法一致。
- 在第一章范围增加了“本标准被 GB 11887 指定为银首饰中银含量测定的仲裁方法”的明示。

本标准的附录 A、附录 B 为资料性附录。

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:国家首饰质量监督检验中心。

本标准主要起草人:李玉鹏、李素青、李武军、张代。

本标准所代替标准的历次版本发布情况为:

- GB/T 17832—1999。

银合金首饰 银含量的测定

溴化钾容量法(电位滴定法)

1 范围

本标准规定了采用溴化钾容量法(电位滴定法)测定银合金首饰中的银含量。

本标准适用于银含量 800‰~999‰的银合金首饰、工艺品及其材料。

本标准被 GB 11887 指定为银首饰中银含量测定的仲裁方法。

注:银合金中可以含有铜、锌、镉和钯,这些元素除钯必须在滴定前先沉淀分离外,其余元素的存在不会干扰本测定方法。

2 规范性引用文件

下列文件中的条款通过本标准的引用而成为本标准的条款。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标准,然而,鼓励根据本标准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标准。

GB/T 9725 化学试剂 电位滴定法通则(GB/T 9725-2007,ISO 6353-1:1982,NEQ)

GB 11887 首饰 贵金属纯度的规定及命名方法(GB 11887-2008,ISO 9202:1991,MOD)

GB/T 18996 银合金首饰中含银量的测定 氯化钠或氯化钾容量法(电位滴定法)(GB/T 18996-2003,ISO 13756:1997,MOD)

3 方法原理

将样品溶解在稀硝酸中,采用预先标定过的溴化钾溶液,滴定样品溶液来测定其中的银含量,并用电位计指示终点。

注:本标准中滴定终点的判定方法参见 GB/T 9725。

4 试剂和材料

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

4.1 硝酸(1+2),不含氯离子。

4.2 溴化钾标准溶液, $c(\text{KBr})=0.1\text{ mol/L}$:将 11.90 g 在 105 °C 下干燥过的溴化钾溶于水中,并稀释到 1L。

4.3 丁二酮肟乙醇溶液:将 10 g 丁二酮肟晶体溶解于 1 000 mL 乙醇中。

4.4 银,纯度不小于 999.9‰。

5 仪器设备

常用实验室仪器和以下仪器设备。

5.1 分析天平,感量为 0.01 mg,精度等级二级。

5.2 电动活塞式滴定管,与电位计或自动滴定仪连接,接近滴定终点时可控制滴定液的增量为 0.05 mL。

5.3 酸度计或电位计,具有 0.02pH 单位或 2 mV 精确度的仪器。

5.4 酸式滴定管,50 mL,精度为 0.1 mL。

5.5 1 kW 可调温电炉或其他可控温的加热设备。

- 5.6 银电极。
- 5.7 双盐桥式甘汞电极。
- 5.8 电磁搅拌器。

6 取样

在合适的取样方法标准出版前,本标准的取样方法有效。
对于有非金属覆盖层的制品来说,应当采用适当的措施将覆盖层去除后再进行检测。

7 方法步骤

7.1 称样量

用于滴定的标准银及试样,其称样量应在 300 mg~500 mg 之间,称量准确度为 0.01 mg。

7.2 溴化钾标准溶液的标定

7.2.1 标准银的准备

同时称量三份标准银的样品(4.4),每份银在 300 mg~500 mg 之间,称量准确度为 0.01 mg,并将其分别置于三个玻璃烧杯中,每个烧杯中分别加入硝酸(4.1)5 mL,于电炉上逐渐加热使银全部溶解,继续加热至氮氧化物完全挥发为止。冷却,分别用去离子水 100 mL 稀释,待用。

注:标准银的称样量应介于试样称样量±20 mg 范围内。

7.2.2 标准银溶液的滴定

用滴定管(5.2)连续滴入待标定的溴化钾标准溶液(4.2),使连续搅拌的标准银溶液中大约有 95% 的银产生沉淀,按照这种方式继续滴定溶液中剩余的银,到达终点后再滴入溴化钾标准溶液(4.2) 0.5 mL。

注:终点判定见 GB/T 9725。为提高滴定精度,可采用微量滴定管或自动滴定装置。

7.2.3 溴化钾滴定度的计算

滴定终点的计算见 GB/T 9725。

溴化钾标准溶液的滴定度用 F 表示,按式(1)计算:

$$F = \frac{m}{V} \dots\dots\dots(1)$$

式中:

F ——溴化钾标准溶液的滴定度,单位为毫克每毫升(mg/mL);

m ——标准银的质量,单位为毫克(mg);

V ——到达滴定终点时消耗溴化钾标准溶液的体积,单位为毫升(mL)。

滴定度对于浓度大于 0.05% 的溶液来说是相同的,这就是说 F 的值可以连续地用于计算之中,并可达到最大的准确度。溴化钾标准溶液的滴定度在试样分析之前就可以直接测定。

7.3 测试

7.3.1 试样溶液的准备

称量三份试样,每份试样在 300 mg~500 mg 之间,称量准确度为 0.01 mg,随后转移到三个玻璃烧杯中,每个烧杯中分别加入硝酸(4.1)5 mL,于电炉上逐渐加热使样品全部溶解,继续加热至氮氧化物完全挥发为止。冷却,分别用去离子水 100 mL 稀释。如样品中含有钯时,需加入丁二酮肟乙醇溶液(4.3)10 mL~15 mL,使钯以沉淀形式析出。

7.3.2 试样溶液的滴定

测试过程及终点判定完全按照标准银溶液的滴定(7.2.2)进行。测试前可预先测得银含量的近似值。测试过程应特别注意终点附近溴化钾标准溶液的体积。

8 结果的表示

8.1 计算方法

8.1.1 试样中银的质量 m_{Ag} 按式(2)计算:

$$m_{Ag} = F \cdot V_s \quad \dots\dots\dots (2)$$

式中:

m_{Ag} ——试样中银的质量,单位为毫克(mg);

F ——溴化钾标准溶液的滴定度,单位为毫克每毫升(mg/mL);

V_s ——滴定试样时到达滴定终点所消耗溴化钾标准溶液的体积,单位为毫升(mL)。

8.1.2 试样中银的含量 W_{Ag} 按式(3)计算,以千分数来表示:

$$W_{Ag} = \frac{m_{Ag}}{m_s} \times 1\,000\% \quad \dots\dots\dots (3)$$

式中:

m_{Ag} ——试样中银的质量,单位为毫克(mg);

m_s ——试样的质量,单位为毫克(mg)。

计算结果保留到个位。

8.2 重现性

重复试验造成的结果偏差应小于1%。如果误差大于这个值,试验应重做。

9 试验报告

试验报告应包括以下信息:

- 样品的识别,包括来源、接样日期和形状;
- 使用的标准(包括发布或出版年号);
- 使用的方法;
- 样品中银含量的千分值,包括单个样品的值和平均值,按第7章的规定计算;
- 如果必要,应有此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签名。

附 录 A
(资料性附录)

本标准章条编号与 ISO 11427:1993 章条编号对照

表 A.1 给出了本标准章条编号与 ISO 11427:1993 章条编号对照一览表。

表 A.1 本标准章条编号与 ISO 11427:1993 章条编号对照

本标准章条编号	对应的国际标准章条编号
1	1
2	2
3	3
4	4
5.1	—
5.2	5.1
5.3	5.2
5.4	—
5.5	—
5.6	—
5.7	—
5.8	—
6	6
7.1	7.1
7.2	7.2
7.3.1	7.3.1 和 7.3.2
7.3.2	7.3.3
8.1	8.1
8.2	8.2
9	9a), c)~i)
—	9b)

附 录 B
(资料性附录)

本标准与 ISO 11427:1993 技术性差异及其原因

表 B.1 给出了本标准与 ISO 11427:1993 的技术性差异及其原因的一览表。

表 B.1 本标准与 ISO 11427:1993 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	1) “本标准适用于银含量 800‰~999‰的银合金首饰、工艺品及其材料。”代替了“适用于 ISO 9202 所规定的范围”。 2) “GB 11887”代替了“ISO 9202”。 3) 将国际标准的第二段以注的形式表示,将国际标准的注 1 改正文的内容。	明确测定范围便于标准的执行。 引用了采用国际标准的国家标准,而非国际标准。 符合国家标准编写规则。
2	“GB 11887”代替了“ISO 9202”。	引用了采用国际标准的国家标准,而非国际标准,符合国家标准编写规则。
3	增加了“注:本标准中滴定终点的判定方法参见 GB/T 9725。”	明确电位判定的规则,便于标准执行。
5	增加了实验设备。	根据国内实验室的设备状况增加了适用的设备。
7.2.2	增加了“注:终点判定见 GB/T 9725。为提高滴定精度,可采用微量滴定管或自动滴定装置。”	明确了滴定终点的判定规则,便于标准的执行。考虑国内实验室能力,推荐了微量滴定管和自动滴定装置。
7.2.3	增加了“滴定终点的计算见 GB/T 9725。”	明确了滴定终点的计算方法,便于标准的执行。
7.3.1	将国际标准 7.3.2 样品含钡时分离处理改在 7.3.1 中。	更加明确,易于理解执行。
9	删除了国际标准“9 b)取样方式”。	目前国内没有相关的取样标准。

中 华 人 民 共 和 国
国 家 标 准
银合金首饰 银含量的测定
溴化钾容量法(电位滴定法)
GB/T 17832—2008

*

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

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 0.75 字数 12 千字
2009年3月第一版 2009年3月第一次印刷

*

书号:155066·1-35927 定价 14.00 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



GB/T 17832—2008