



中华人民共和国国家标准

GB/T XXXXX—XXXX

代替 GB/T 21198.4—2007

999‰金、铂或钯合金首饰—贵金属含量的 测定—ICP-OES 差减法

999‰ gold, platinum and palladium jewellery alloys—Determination of precious
metals— Difference method using ICP-OES

(征求意见稿)

XXXX—XX—XX 发布

XXXX—XX—

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的主要技术变化如下：

- 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。
- 删除了原 3.4.1 的盐酸储存溶液和 3.4.2 的硝酸储存溶液。
- 试验步骤中增加了相应的健康和安全操作规程警示。
- 重复性修订为 0.1‰。
- 附录 A 改为规范性附录。

本标准采用重新起草法修改采用了 ISO 15093: 2015 (E) 《首饰 金、铂、钯合金首饰中贵金属含量的测定 ICP-OES 差减法》(英文版)。

本标准与 ISO 15093: 2015 (E) 的技术性差异及原因如下：

- 试剂规格按照我国试剂的实际生产情况规定。
- “取样”放在了“仪器设备”之后，按我国标准的编写要求进行调整。
- 8.2 中增加了计算结果的修约要求，提高可操作性，消除歧义，避免质量纠纷。

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/TC256)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：

本标准于2007年11月首次发布，本次为第一次修订。

999‰贵金属合金首饰—贵金属含量的测定—ICP-OES 差减法

1 范围

本标准规定了采用 ICP-OES 测定 999‰的贵金属合金首饰中的杂质元素含量(见表 A.1、A.2 或 A.3)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 999‰的贵金属合金首饰。

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，仅所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

3 原理

称取贵金属合金样品，溶于王水，制备 10g/L 液。用 ICP-OES 测定杂质含量，用差减法确定贵金属含量。

4 试剂材料

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

4.1 盐酸，质量分数为 36%~38%。

4.2 硝酸：质量分数为 65%~68%。

4.3 王水：HCL（4.1）+ HNO₃（4.2）= 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）：表 A.1、A.2 或 A.3 中所有相关元素（分别为 100mg/L）于 1mol/L 盐酸（4.1）和 1 mol/L 硝酸（4.2）介质中。

4.5 纯贵金属：纯度不低于 999.9‰的金、铂或钯，应当测定每个杂质元素的确切含量。

5 仪器设备

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：具有固定或扫描通道；相关元素的光学分辨率为 0.02nm，检测限不低于 0.05mg/l；具背景校正功能。

注：附录A为推荐波长。

5.2 分析天平，准确度精确至 0.01mg。

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：使用者有责任采取适当的安全和健康措施。

7.1 样品溶液

准确称量称 500mg 样品两份，精确至 0.01mg，转移至 50mL 烧杯，加 30mL 王水（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 50mL 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（4.5）500mg±2.5mg 两份，精确至 0.01mg，按 7.1 溶解。

空白溶液：将第一份参考物质溶解后，冷却，转移至 50mL 容量瓶中，用水定容，混匀。

校正溶液：第二份参考物质溶解后，冷却，转移至 50mL 容量瓶中，加入 5mL 酸贮存溶液（4.4）或者相应体积的预期微量元素，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。根据仪器生产商的建议，测试时应保证矩管、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预积分时间30秒，积分时间5秒，积分次数5次，计算净强度（即背景校正）。

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。

在 8.2 给出的计算方法不包括所选基体（见表 A.1、A.2 和 A.3）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纯贵金属中引入的杂质。

8.2 计算方法

通过校正曲线（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 ）按公式（1）计算。

$$W_i = \frac{c_i \times V_s}{m_s}$$

式中：

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mg/L；

V_s ——样品溶液的体积，单位为L；

m_s ——贵金属样品的质量，单位为mg。

检测限的定义为空白溶液中所测得的每个元素的浓度标准偏差的3倍。

贵金属的含量 W_{sp} (‰)按公式(2)计算。

$$W_{sp} (\text{‰}) = 1000 - (\sum W_i \times 1000) \quad (2)$$

式中：

$\sum W_i$ ——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，应重复实验。

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（包括发布或出版年号）；
- 样品铂含量的质量分数（‰），包括单个样品的值及平均值，按8.6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；

附 录 A
(规范性附录)

999%贵金属合金首饰中的杂质元素及推荐波长

测定 999%贵金属合金首饰中的杂质元素及推荐波长见表 A.1、A.2 和 A.3。除表 A.1、A.2 和 A.3 所列波长外，也可使用其他波长。这种情况应注意光学干扰。如果确定样品中含有表 A.1、A.2 和 A.3 中未列入的其他元素，也应测试。

表A.1 铂合金首饰中的杂质元素及推荐波长

单位为nm

元素	波长	其它可用波长	元素	波长	其它可用波长
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A.2 金合金首饰中的杂质元素及推荐波长

单位为nm

元素	波长	其它可用波长	元素	波长	其它可用波长
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A.3 钯合金首饰中的杂质元素及推荐波长

单位为nm

元素	波长	其它可用波长	元素	波长	其它可用波长
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）					