



# 中华人民共和国国家标准

GB/T XXXXX—XXXX  
代替 GB/T 21198.5—2007

## 999‰银合金首饰—银含量的测定— ICP-OES 差减法

999‰ silver jewellery alloys—Determination of silver—Difference method using  
ICP-OES

ISO 15096:2015

(征求意见稿)

XXXX—XX—XX 发布

XXXX—XX—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 21198.5—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的主要技术变化如下:

——增加了取样方法的规定,相应 in 规范性引用文件中增加了ISO 11596。

——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。

——试剂材料中增加了王水和硝酸银。

——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,并对表A.1中给出的元素波长修正。

本标准采用重新起草法修改采用了ISO 15096:2014(E)《首饰 银合金首饰中银含量的测定 ICP-OES 差减法》(英文版)。

本标准与ISO 15096:2014(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。

——设备中分析天平的参数提高到0.01mg,以保证结果的准确性。

——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‰银合金首饰 银含量的测定 ICP-OES 差减法

## 1 范围

本标准规定了采用ICP-OES测定999‰银合金首饰中的杂质元素（见表A.1）含量来确定银含量的方法。

本标准适用于银含量为999‰的银合金首饰。

## 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

称取银合金样品，溶于硝酸。将溶液进行离心分离，清液定容成10g/L溶液，分离物用王水溶解后定容。用ICP-OES分别测定两种溶液中杂质元素含量，用差减法确定银含量。

## 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 酸贮存溶液1（不含氯化物）：表A.1中所有元素（分别为100mg/L）于1mol/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100mg/L）于1mol/L盐酸（4.1）或硝酸（4.2）介质中。使用前配制。

4.5 王水：HCL（4.1）+HNO<sub>3</sub>（4.2）=3+1。使用前配制。

4.6 银：含量不低于999.9‰。

4.7 硝酸银，照相级。

## 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，精确至0.01mg。

5.3 离心机，适合10mL至50mL试管，转速可以达到3000转/min以上。

## 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500mg样品两份，精确至0.01mg，转移至50mL烧杯中。加入7.5mL水和7.5mL硝酸（3.2）。加热直至样品完全溶解并赶尽氮氧化物。加入10mL水，冷却至室温，将溶液转移至离心管中，在3000转/min的转速下离心分离5分钟，清液转移至50mL容量瓶中。沉淀中加入5mL水，在3000转/min的转速下再次离心分离5分钟以上，清液转移至刚才的容量瓶中。按此步骤重复3次。将容量瓶中的溶液定容至50mL。以银基校正溶液（7.2）作标准溶液测试。

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

### 7.2 银基校正溶液（10g/L）

空白溶液1：称取500mg银（4.6）或787mg硝酸银（4.7），精确至0.01mg，按7.1溶解。冷却，移入50mL容量瓶，加水定容至50mL并混匀。

校正溶液1：称取500mg银（4.6）或787mg硝酸银（4.7），精确至0.01mg，按7.1溶解。冷却，移入50mL容量瓶，加入2.5mL酸贮存溶液1（4.3），加水定容至50mL并混匀。

注：本溶液不稳定，应在使用前制备。

### 7.3 王水介质校正溶液

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

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

## 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(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( $W_i$ )按公式(1)计算。

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

式中：

$c_{i, Ag}$  ——元素*i*在样品溶液中的浓度或元素*i*的检出限，单位为mg/L；

$V_{s, Ag}$  ——样品溶液的体积，单位为L(7.1中的0.05L)；

$c_{i, ar}$  ——元素*i*在王水溶液中的浓度或元素*i*的检出限，单位为mg/L；

$V_{s, ar}$  ——样品王水介质溶液的体积，单位为L(7.1中的0.005L)；

$m_s$  ——样品的质量，单位为mg。

检出限的定义为相应介质空白溶液中所测得的每个元素浓度的标准偏差的3倍。

用公式(2)计算银含量( $W_{sp}$ )，以千分数表示：

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

式中，

$\sum W_i$  是所有相关元素(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

平行测定的绝对差值应小于0.1‰。如大于该值，须重新实验。

## 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；

——实验室负责人及操作人员的签名。

附 录 A  
(规范性附录)

999‰银合金首饰中的杂质元素及推荐波长

测定 999‰银合金首饰中的杂质元素及推荐波长见表 A.1。除表 A.1 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 中未列入的其他元素，也应测试。

表A.1 999‰银合金首饰中的杂质元素及推荐波长

单位为nm

元素	推荐波长	可选可用波长	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； 注3：所有容器和试剂瓶应采用聚四氟乙烯或塑料。					