

ICS 39.060
Y 88



中华人民共和国国家标准

GB/T 19718—2005

GB/T 19718—2005

首饰 镍含量的测定 火焰原子 吸收光谱法

Jewellery—Determination of nickel content—Method of flame
atomic absorption spectrometry

中华人民共和国
国家标准
首饰 镍含量的测定 火焰原子
吸收光谱法
GB/T 19718—2005

*

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.bzcs.com

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 14 千字
2005年7月第一版 2005年7月第一次印刷

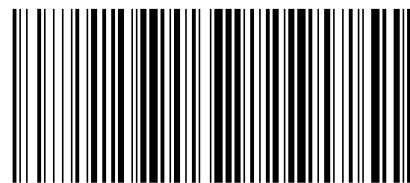
*

书号:155066·1-22798 定价 10.00 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 19718—2005

2005-03-23 发布

2005-09-01 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

附录 A
(资料性附录)

本标准章条编号与 EN 1810:1998 章条编号对照

表 A.1 给出了本标准章条编号与 EN 1810:1998 章条编号对照一览表。

表 A.1 本标准章条编号与 EN 1810:1998 章条编号对照

本部分章条编号	对应的国际标准章条编号
1	1
2	2
3	3
4	4
5	5
6.1	—
6.2	6.1
6.3	6.2
6.4	6.3
6.5	6.4
6.6	6.5
6.7	6.6
7	7
8	8
9	9a)、c)~k)
—	9b)
附录 A	—

附录 B
(资料性附录)

本标准与 EN 1810:1998 技术性差异及其原因

表 B.1 给出了本标准与 EN 1810:1998 的技术性差异及其原因的一览表。

表 B.1 本标准与 EN 1810:1998 技术性差异及其原因

本标准的章条编号	技术性差异	原因
2	增加引用标准 GB 11887—2002。	本方法标准是针对 GB 11887—2002 中相关条款 4.3.1 而制定的。
6.1	增加 6.1。	平行样的测定,可使结果更准确可靠。

前 言

本标准修改采用欧洲标准 EN 1810:1998《穿刺人体杆状零件——火焰原子吸收光谱仪测定镍含量的参考测试方法》(英文版)。

为便于使用,本标准还做了下列编辑性修改:

- “本欧洲标准”一词改为“本标准”;
- 用小数点“.”代替作为小数点的逗号“,”;
- 用“mL”代替“cm³”;
- 删除欧洲标准的前言;
- 增加了 6.1 测定数量;
- 增加了资料性附录 A 和附录 B 以起指导作用。

本标准的附录 A 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/TC256)归口。

本标准起草单位:国家首饰质量监督检验中心、国家金银制品质量监督检验中心(南京)、国家金银制品质量监督检验中心(上海)。

本标准主要起草人:李武军、王东辉、方名戌、范积芳、李玉鹃、李素青。

$$V_r = 25w \quad \dots\dots\dots(1)$$

式中:

V_r ——基体溶液体积,单位为毫升(mL);

w ——试样(6.3)中某一基体元素的质量分数,数值以百分数表示。

由此获得的校正溶液,每毫升含镍量分别为 0,1.5,2.0,2.5,3.0 和 3.5 μg 。

注 3: 增加镍浓度为 0.5 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 和 1.0 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 的两个校正溶液,扩大校正溶液的浓度范围,此方法可用于测定质量分数低至 0.01% 的镍含量。

6.6 原子吸收光谱仪的优化

按照原子吸收光谱仪的说明书调试好仪器。

设置灯电流、波长和气流量。调节火焰特性和燃烧器高度,使得适用于测定镍。交替喷洒最高浓度和零浓度校正溶液,调节气流量和燃烧器位置(水平、垂直和旋转)直至两个校正溶液之间吸光度的差值达到最大值。检查光谱仪的波长是否设置为 232.0 nm。调整阻尼设置或积分时间,使信号足够稳定。调试好后的仪器应满足测定要求,见 5.2.1~5.2.3。

注意:通常高氯酸蒸气在有氨、亚硝酸烟雾或有机物时容易爆炸。经常清除燃烧器头上的高氯酸盐沉积物。使用以后,清洗雾化系统和排污系统,以确保无高氯酸盐残留。

6.7 原子吸收测定

以零浓度校正溶液调零,测定校正溶液和测试溶液的吸光度。

选择两个校正溶液,一个溶液的吸光度刚低于测试溶液的吸光度,而另一个溶液的吸光度则刚高于测试溶液的吸光度。再次测定这两个校正溶液和测试溶液的吸光度,测定顺序为:先按升序,再按降序。

注 4: 如果测试溶液浓度过高而又要测定其准确值时,可以将测试溶液稀释,使得同样基体的最终测试溶液的浓度在上述校正溶液浓度范围内。

7 结果计算

7.1 通则

仅当测试溶液(或稀释后的最终测试溶液)中的镍浓度处于最高浓度校正溶液和最低浓度校正溶液镍浓度之间时,计算才有效。

7.2 测试溶液浓度

测试溶液的镍浓度 c_s 的数值以微克每毫升($\mu\text{g}/\text{mL}$)表示,按式(2)计算:

$$c_s = [(c_2 - c_1) \times (A_s - A_1) / (A_2 - A_1)] + c_1 \quad \dots\dots\dots(2)$$

式中:

c_1 ——较低浓度溶液的镍浓度,单位为微克每毫升($\mu\text{g}/\text{mL}$);

c_2 ——较高浓度溶液的镍浓度,单位为微克每毫升($\mu\text{g}/\text{mL}$);

A_s ——测试溶液的吸光度;

A_1 ——浓度较低的校正溶液的吸光度;

A_2 ——浓度较高的校正溶液的吸光度。

7.3 试样镍含量

试样中镍含量 W_{Ni} 的数值以百分数表示,按式(3)计算:

$$W_{\text{Ni}}(\%) = \frac{Vc_s}{10\,000m} \quad \dots\dots\dots(3)$$

式中:

c_s ——测试溶液的镍浓度,单位为微克每毫升($\mu\text{g}/\text{mL}$);

V ——测试溶液的体积,单位为毫升(mL);

m ——试样质量,单位为克(g)。

首饰 镍含量的测定 火焰原子吸收光谱法

1 范围

本标准规定了用火焰原子吸收光谱法测定含镍首饰(包括非贵金属首饰)中镍含量的方法。

本标准特别适用于镍含量为 0.03%~0.07% 的样品中镍的测定(见注 3)。

本标准可用于测定插入耳朵或人体的任何其他部位、在穿孔伤口愈合过程中摘除或保留的制品,镍在其总体质量中的含量。

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

GB/T 19719 首饰 镍释放量的测定 光谱法 (GB/T 19719—2005,EN 1811:1998,IDT)

3 原理

本标准采用原子吸收光谱仪,试样溶于酸性介质,形成的溶液雾化后进入原子吸收光谱仪的火焰中,试样中镍共振线(232.0 nm)的吸光度与校正溶液中镍的吸光度进行比较。

4 试剂材料

除非另有说明,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。

警告:浓酸有害,佩带眼镜或防护镜,溶解金属时应在通风良好的通风橱中进行。

4.1 金属铝:纯度不低于 99.99%,镍含量低于 0.000 5%。

4.2 金属钛:纯度不低于 99.99%,镍含量低于 0.000 5%。

4.3 金属铜:纯度不低于 99.99%,镍含量低于 0.000 5%。

4.4 金属银:纯度不低于 99.99%,镍含量低于 0.000 5%。

4.5 金属金:纯度不低于 99.99%,镍含量低于 0.000 5%。

4.6 金属铁:纯度不低于 99.99%,镍含量低于 0.000 5%。

4.7 去离子水:电导率不大于 1 $\mu\text{S}/\text{cm}$ 。

4.8 盐酸:质量分数为 38%, $\rho=1.19\text{ g}/\text{mL}$ 。

4.9 过氧化氢:质量分数为 30%。

4.10 氢氟酸:质量分数为 40%, $\rho=1.13\text{ g}/\text{mL}$ 。

4.11 硝酸:质量分数为 65%, $\rho=1.40\text{ g}/\text{mL}$ 。

4.12 高氯酸:质量分数为 60%, $\rho=1.54\text{ g}/\text{mL}$ 。

4.13 镍标准储存溶液(1 000 $\mu\text{g}/\text{mL}$):制备镍标准储存溶液,也可以选用经过认证的标准溶液。

4.14 铝标准储存溶液(10 g/L):称取铝(4.1)2.000 g,精确到 0.001 g,置于 250 mL 的锥形瓶。分少量多次加入稀盐酸(4.20)60 mL,逐渐加热至完全溶解。加几滴过氧化氢(4.9)并加热 2 min,去除过量的过氧化氢。冷却到室温,移入 200 mL 容量瓶中,以去离子水(4.7)稀释至刻度,混匀。

4.15 钛标准储存溶液(10 g/L):称取钛(4.2)2.000 g,精确到 0.001 g,置于 250 mL 的锥形瓶。分少量多次加入氢氟酸(4.10)60 mL,逐渐加热至完全溶解。冷却到室温,移入 200 mL 容量瓶中,以去离子