



中华人民共和国国家标准

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

Determination of precious metals in precious metals jewellery alloys—
Method using ICP spectrometry—
Part 4:999‰precious metals jewellery alloys—Determination of precious
metals—Difference method

2007-11-12 发布

2008-07-01 实施

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局 发布
中国国家标准化管理委员会

前 言

GB/T 21198《贵金属合金首饰中贵金属含量的测定 ICP 光谱法》分为六个部分：

- 第 1 部分：铂合金首饰 铂含量的测定 采用钇为内标；
- 第 2 部分：铂合金首饰 铂含量的测定 采用所有微量元素与铂强度比值法；
- 第 3 部分：钯合金首饰 钯含量的测定 采用钇为内标；
- 第 4 部分：999‰贵金属合金首饰 贵金属含量的测定 差减法；
- 第 5 部分：999‰银合金首饰 银含量的测定 差减法；
- 第 6 部分：差减法。

本部分为 GB/T 21198 的第 4 部分。

本部分参照 ISO/CD 15093:2001《999‰贵金属合金首饰中贵金属含量的测定 ICP-OES 差减法》编写，与 ISO/CD 15093 主要有以下技术性差异：

- 由于目前国际国内均无适合的制样标准，因此删除了原文中的第 2 章、第 4 章和第 9 章的 b)；
- 按照我国标准的编写要求对试剂的规格做了规定；
- 增加了对于分析天平的规定。

为便于使用，本部分还做了下列编辑性修改：

- “本国际标准”一词改为“本部分”；
- 用小数点“.”代替作为小数点的逗号“,”；
- 用“mL”代替“cm³”；
- 删除国际标准的前言。

本部分的附录 A 为资料性附录。

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/TC 256)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：李素青、李玉鹂、李武军、沈洋。

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

1 范围

GB/T 21198 的本部分规定了通过测定 999‰的贵金属合金首饰中的杂质元素含量来确定铂合金首饰中的铂含量,钯合金首饰中的钯含量,金合金首饰中的金含量的方法。

本部分适用于含量为 999‰的贵金属合金首饰。

注:首饰中可含铂、钯、金、银、铋、镉、钴、铜、铁、铈、镍、铅、铪、钨、钛和锌。

2 方法原理

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

3 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。

3.1 盐酸:质量分数为 36%~38%, $\rho=1.19$ g/mL。

3.2 硝酸:质量分数为 65%~68%, $\rho=1.40$ g/mL。

3.3 王水(使用前配制):1 体积硝酸(3.2)和 3 体积盐酸(3.1)混合。

3.4 使用经过验证的试剂,为获得指示的浓度,制备下列混合的储存溶液。

3.4.1 硝酸储存溶液(不含氯化物):银,铋,铅(分别为 100 mg/L),于 2 mol/L 硝酸(3.2)介质。

3.4.2 盐酸储存溶液(不含硝酸盐):锡,钛(分别为 100 mg/L),于 2 mol/L 盐酸(3.1)介质。

3.4.3 酸储存溶液(可以同时含有盐酸和硝酸):均含有相关元素(分别为 100 mg/L),于 1 mol/L 盐酸(3.1)和 1 mol/L 硝酸(3.2)介质。

注:除溶液 3.4.3 外,可在 3.4.1 或 3.4.2 溶液中加入所需的任何元素,条件是不要在 3.4.1 中引入氯化物,也不要 在 3.4.2 中引入硝酸盐。

3.5 贵金属线材或板材:纯度不低于 999.9‰,应当测定每个杂质元素的含量。

4 仪器

常规实验室仪器及下列仪器

4.1 电感耦合等离子体发射光谱仪(ICP 光谱仪):具有固定或扫描通道、相关元素的光学分辨率为 0.02 nm,检测限不低于 0.05 mg/L,具背景校正功能。

检测器为光电倍增管或半导体芯片(CID,CCD)的仪器可用来分析。

注:附录 A 为推荐波长。

4.2 微量天平:感量为 0.01 mg。