



中华人民共和国国家标准

GB/T 21198.3—2007

贵金属合金首饰中贵金属含量的测定 ICP 光谱法

第3部分：钯合金首饰 钯含量的测定 采用钇为内标

Determination of precious metals in precious metals jewellery alloys—
Method using ICP spectrometry—
Part 3: Palladium jewellery alloys—Determination of palladium—Method using a
solution with yttrium as internal standard element

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
中国国家标准化管理委员会 发布

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 采用钌为内标；
- 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 采用钌为内标；
- 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 3 部分。

本部分参照 ISO/DIS 11495-2:2001《钯合金首饰中钯含量的测定 以钌为内标采用 ICP 光谱法》编写，与 ISO/DIS 11495-2 主要有以下技术性差异：

- 将规范性引用文件中引用的国际标准改为我国国家标准 GB 11887；
- 按照我国标准的编写要求对试剂的规格做了规定；
- 由于标准中未涉及微量天平，因此删除了原文中的 5.2“微量天平，可称至 0.001 mg”；
- 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 6 章和第 9 章的 b)。

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、李玉鹃、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 3 部分:钯合金首饰 钯含量的测定

采用钇为内标

1 范围

GB/T 21198 的本部分规定了以钇为内标采用 ICP 光谱法测定钯合金首饰中钯含量的方法。

本部分适用于钯含量为 475‰~970‰的钯合金首饰。

注:钯合金首饰中可能含有银,铍,镓,铜,钴,镍,锡,钇。含有这些合金元素在测定过程中一般不产生干扰。

2 规范性引用文件

下列文件中的条款通过 GB/T 21198 的本部分的引用而成为本部分的条款。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部分,然而,鼓励根据本部分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部分。

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

3 方法原理

准确称量样品,溶于王水中,制成准确质量的溶液。将制成的样品溶液取出一份定量溶液,与缓冲溶液和内标混合,标定至标准测量体积。

应用 ICP 光谱仪,将样品溶液中钯(340.45 nm)和钇(371.03 nm)的光谱发散强度比值与含有已知质量的钯和钇溶液的比值比较,测量钯的含量。

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%, $\rho=1.19$ g/mL。
- 4.2 硝酸:质量分数为 65%~68%, $\rho=1.40$ g/mL。
- 4.3 纯钯:钯含量至少为 99.99%。
- 4.4 内标溶液:称取 26.8 g 二水合氯化铜($\text{CuCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$)、7.3 g 硝酸钠(NaNO_3)和约 680 mg 六水合氯化钇($\text{YCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$)溶于 200 mL 水中,用水标定至 1 000 mL。

5 仪器

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(简称 ICP 光谱仪):可以同时测定钯发射线 340.45 nm 和内标钇发射线 371.03 nm 的强度。

具备以下特性的光谱仪测定结果较为满意:

- 可逆线性分散:0.5 nm/mm;
- 光学分辨率:0.02 nm;
- 高频工作功率:1.2 kW;