



中华人民共和国国家标准

GB/T 38161—2019
代替 GB/T 21198.3—2007

钯合金首饰 钯含量的测定 钇内标 ICP 光谱法

**Palladium jewellery alloys—Determination of palladium—
Inductively coupled plasma(ICP)spectrometric method
using yttrium as internal standard element**

(ISO 11495:2014, Jewellery—Determination of palladium in palladium jewellery alloys—ICP-OES method using yttrium as internal standard element, MOD)

2019-10-18 发布

2020-05-01 实施

国家市场监督管理总局
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 21198.3—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》。

本标准与 GB/T 21198.3—2007 相比，主要技术变化如下：

- 修改了适用范围为“钯含量为 500‰~990‰”(见第 1 章,2007 年版的第 1 章)；
- 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(见第 2 章和第 6 章)；
- 增加了直接配制校正测试溶液和样品测试溶液的内容及结果计算方法(见 7.2.3,7.3.2 和 7.6.4)。

本标准使用重新起草法修改采用 ISO 11495:2014《首饰 钯合金首饰中钯含量的测定 以钇为内标采用 ICP 光谱法》。

本标准与 ISO 11495:2014 相比在结构上有较多调整,附录 A 中列出了本标准与 ISO 11495:2014 章条编号差异的对照一览表。

本标准与 ISO 11495:2014 相比存在技术性差异,这些差异涉及的条款已通过在其外侧页边空白位置的垂直单线(∟)进行了标示。附录 B 中给出了相应技术性差异及其原因的一览表。

本标准还做了下列编辑性修改：

- 将标准名称修改为《钯合金首饰 钯含量的测定 钇内标 ICP 光谱法》。
- 删除了 ISO 11495:2014 的参考文献。

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/TC 256)归口。

本标准起草单位:北京国首珠宝首饰检测有限公司、国家首饰质量监督检验中心、北京国首珠宝首饰标准化研究中心。

本标准主要起草人:李素青、王健、秦胜辉、李武军、李玉鹃、张红艳、申云峰。

本标准所代替标准的历次版本发布情况为：

- GB/T 21198.3—2007。

钯合金首饰 钯含量的测定

钇内标 ICP 光谱法

1 范围

本标准规定了以钇为内标采用 ICP-OES 光谱法测定钯合金首饰中钯含量的方法。

本标准适用于钯含量为 500‰~990‰ 钯合金首饰及钯合金制品,其他钯含量的钯合金可参照使用。

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(Jewellery—Sampling of precious metal alloys for and in jewellery and associated products)

3 原理

准确称量样品,溶于王水中,配成确切质量的样品溶液。准确称量一定量的样品溶液,与内标溶液混合,标定至标准测量体积。

应用电感耦合等离子体发射光谱法(ICP-OES),采用插入法测试样品溶液和校正溶液(含有已知质量的钯和钇溶液)中钯(推荐波长 340.45 nm)和钇(推荐波长 371.03 nm)的强度。将样品溶液中钯和钇的强度比值与标准溶液中钯和钇的强度比值比较,计算钯含量。

使用钯的其他波长时,需要检查干扰和仪器性能的影响。

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二级水或相当纯度的水。

- 4.1 盐酸(HCl):质量分数为 36%~38%。
- 4.2 硝酸(HNO₃):质量分数为 65%~68%。
- 4.3 钯:钯含量不低于 999.9‰。选用 999.5‰的钯时应进行修正。
- 4.4 六水合氯化钇(YCl₃·6H₂O)。
- 4.5 氧化钇(Y₂O₃)。
- 4.6 王水:盐酸(4.1)和硝酸(4.2)的体积比为 3:1,使用前配制。

5 仪器设备

5.1 电感耦合等离子体发射光谱仪(ICP-OES):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,相关元素的波长分辨率优于 0.02 nm。

5.2 分析天平,分度值为 0.01 mg。