



中华人民共和国国家标准

GB/T 18996—2003

银合金首饰中含银量的测定 氯化钠或氯化钾容量法(电位滴定法)

Determination of silver in silver jewellery alloys—
Volumetric (potentiometric) method using sodium chloride or potassium chloride

(ISO 13756:1997, MOD)

2003-03-07 发布

2003-10-01 实施

中 华 人 民 共 和 国 发 布
国家质量监督检验检疫总局

前 言

本标准修改采用了国际标准 ISO 13756:1997(E)《银合金首饰中含银量的测定——氯化钠或氯化钾容量法(电位滴定法)》。本标准与国际标准的主要不同点在于当样品含有钯时,本标准中加入丁二酮肟乙醇溶液进行分离,而国际标准中采用丁二酮肟水溶液。另外,取消了该国际标准 7.2.1 中注释的内容。

本标准中滴定终点的判定方法参见 GB/T 9725—1988《化学试剂 电位滴定法通则》。

本标准与 GB/T 17832—1999《银合金首饰中含银量的测定 溴化钾容量法(电位滴定法)》具有同等效力。

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(CSBTS/TC 256)归口。

本标准起草单位:国家首饰质量监督检验中心。

本标准主要起草人:范积芳、李玉鹂、陈素青、李素青、李武军。

本标准委托全国首饰标准化中心负责解释。

银合金首饰中含银量的测定

氯化钠或氯化钾容量法(电位滴定法)

1 范围

本标准规定了采用氯化钠或氯化钾容量法(电位滴定法)测定银合金首饰中含银量所需的试剂、材料、仪器设备、方法步骤及结果的表示。

本标准适用于含银量 800‰~900‰的银首饰及其材料。

注1: 银合金中可以含有铜、锌、镉和钯,这些元素除钯应在滴定前先沉淀分离外,其余元素的存在不会干扰本测定方法。

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/T 9725—1988 化学试剂 电位滴定法通则

3 方法原理

将样品溶解在稀硝酸中,溶液中银含量的测定采用标定过的氯化钠或氯化钾滴定,并用电位计指示终点。

4 试剂和材料

分析中除另有要求外,均采用分析纯的试剂及蒸馏水或去离子水。

4.1 硝酸(1+2):不含氯离子。

4.2 氯化钠溶液: $c(\text{NaCl}) = 0.1 \text{ mol/L}$,将在 105℃ 下干燥过的氯化钠 5.84 g 溶于水中,并稀释到 1 000 mL。

4.3 氯化钾溶液: $c(\text{KCl}) = 0.1 \text{ mol/L}$,将在 105℃ 下干燥过的氯化钾 7.44 g 溶于水中,并稀释到 1 000 mL。

4.4 银:纯度不小于 999.9‰。

4.5 丁二酮肟乙醇溶液:将丁二酮肟晶体 10 g 溶解于 1 000 mL 乙醇中。

5 仪器设备

5.1 分析天平,感量为 0.01 mg,精度等级二级。

5.2 1 kW 可调温电炉或其他可控温的加热设备。

5.3 银电极。

5.4 双盐桥式甘汞电极。

5.5 酸度计或电位计,具有 0.02 pH 单位或 2 mV 精确度的仪器。

5.6 电磁搅拌器。

5.7 滴定管,50 mL,精度为 0.1 mL。

6 方法步骤

6.1 剂量

用于滴定的标准银及试样的含银量在 300 mg~500 mg 之间,称量准确度为 0.01 mg。

6.2 氯化钠或氯化钾标准溶液的标定

6.2.1 标准银的准备

同时称量三份标准银的样品(4.4),每份银在 300 mg~500 mg 之间,称量准确度为 0.01 mg,并将其分别置于三个玻璃烧杯中,每个烧杯中分别加入硝酸(4.1)5 mL,并逐渐加热使银溶解,继续加热至氮氧化物完全挥发为止。冷却,分别用 100 mL 去离子水稀释,待用。

6.2.2 标准银溶液的滴定

用滴定管连续滴入待标定的氯化钠或氯化钾溶液(4.2 或 4.3),使连续搅拌的标准银溶液中大约有 95% 的银产生沉淀,按照这种方式继续滴定溶液中剩余的银,到达终点后再滴入氯化钠或氯化钾溶液 0.5 mL。

注 2: 终点判定见 GB/T 9725—1988 中 6.2。为提高滴定精度,可采用微量滴定管或自动滴定装置。

6.2.3 氯化钠或氯化钾滴定法的计算

滴定终点的计算见 GB/T 9725—1988 中 6.2。

氯化钠或氯化钾的滴定度 F 可表示为式(1):

$$F = \frac{m}{V} \quad \dots\dots\dots(1)$$

式中:

F ——氯化钠或氯化钾滴定度,单位为毫克每毫升(mg/mL);

m ——标准银的质量,单位为毫克(mg);

V ——到达滴定终点时消耗氯化钠或氯化钾溶液的体积,单位为毫升(mL)。

滴定度对于浓度大于 0.05% 的溶液来说是相同的,这就是说 F 的值可以连续的用于计算之中,并可达到最大的准确度。氯化钠或氯化钾的滴定度在试样分析之前就可以直接测定。

6.3 测试

6.3.1 试样溶液的准备

称量三份试样在 300 mg~500 mg 之间,称量准确度为 0.01 mg,随后转移到三个玻璃烧杯中,每个烧杯中分别加入硝酸(4.1)5 mL,并逐渐加热使样品全部溶解,继续加热至氮氧化物完全挥发为止。冷却,分别用去离子水 100 mL 稀释。如样品中含有钡时,需加入丁二酮肟乙醇溶液(4.5)10 mL~15 mL,使钡以沉淀形式析出。

6.3.2 试样溶液的滴定

测试过程及终点判定完全按照标准银溶液的滴定(6.2.2)进行。测试前可预先测得含银量的近似值。测试过程应特别注意终点附近氯化钠或氯化钾溶液的体积。

7 结果的表示

7.1 计算方法

7.1.1 因为氯化钠或氯化钾的滴定度 F (6.2.3)以每毫升溶液中银的毫克数表示,所以试样中的银的质量 m_{Ag} 可以按式(2)计算:

$$m_{Ag} = F \cdot V_s \quad \dots\dots\dots(2)$$

式中:

m_{Ag} ——试样中银的质量,单位为毫克(mg);

F ——氯化钠或氯化钾的滴定度,单位为毫克每毫升(mg/mL);

V_s ——滴定试样时到达滴定终点所消耗氯化钠或氯化钾溶液的体积,单位为毫升(mL)。

7.1.2 试样中银的含量 c_{Ag} 的计算以千分含量来表示,按式(3)进行计算。

$$c_{Ag} = \frac{m_{Ag}}{m_s} \times 1\,000\,‰ \quad \dots\dots\dots (3)$$

式中:

c_{Ag} ——试样中银的含量;

m_{Ag} ——试样中银的质量,单位为毫克(mg);

m_s ——试样的质量,单位为毫克(mg)。

7.2 允许差

允许差小于 1‰。

8 试验报告

试验报告应包括以下信息:

- 样品的鉴别包括来源、接样日期、形状;
- 取样方式;
- 采用方法的依据;
- 样品中含银量的千分数,包括单个样品的值和平均值;
- 如果需要,需有此标准方法的偏差;
- 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签名。

附 录 A
(资料性附录)

本标准与 ISO 13756:1997 技术性差异及其原因

表 A.1 给出了本标准与 ISO 13756:1997 的技术性差异及其原因的一览表。

表 A.1 本标准与 ISO 13756:1997 的技术性差异及其原因

本标准的章条编号及内容	ISO 13756:1997 的章条及内容	原 因
4.5 将丁二酮肟晶体 10 g 溶解于 1 000 mL乙醇中	4.4 将 10 g 丁二酮肟晶体溶解于 1 000 mL水中	丁二酮肟晶体不溶解于水