



中华人民共和国国家标准

GB/T 43589—2023

金合金饰品 多元素含量测定 激光剥蚀-电感耦合等离子体质谱法

Gold alloys adornment—Determination of multi-element contents—
Laser ablation-inductively coupled plasma mass spectrometry

2023-12-28 发布

2024-07-01 实施

国家市场监督管理总局 发布
国家标准化管理委员会

目 次

前言 I

1 范围 1

2 规范性引用文件 1

3 术语和定义 1

4 原理 1

5 试剂和材料 2

6 仪器设备 2

7 样品 2

8 试验步骤 2

9 试验数据处理 2

10 精密度..... 3

11 质量保证和控制..... 6

12 试验报告..... 6

附录 A（资料性） 金合金饰品中元素含量测定示例 7

附录 B（资料性） 各元素的推荐质量数 9

附录 C（资料性） 各元素的检出限 10



前 言

本文件按照 GB/T 1.1—2020《标准化工作导则 第 1 部分：标准化文件的结构和起草规则》的规定起草。

请注意本文件的某些内容可能涉及专利。本文件的发布机构不承担识别专利的责任。

本文件由中国轻工业联合会提出。

本文件由全国首饰标准化技术委员会(SAC/TC 256)归口。

本文件起草单位：重庆市计量质量检测研究院、山东亿福金业珠宝首饰有限公司、北京国首珠宝首饰检测有限公司、国首(深圳)珠宝首饰检测有限责任公司、山东省计量科学研究院、上海市计量测试技术研究院、成都产品质量检验研究院有限责任公司、国家珠宝玉石首饰检验集团有限公司、天津市产品质量监督检测技术研究院、新疆维吾尔自治区产品质量监督检验研究院、河南省产品质量检验技术研究院、深圳市金质金银珠宝检验研究中心有限公司、陕西省产品质量监督检验研究院、中国地质大学(武汉)、招商局检测认证(重庆)有限公司、中宝正信金银珠宝首饰检测有限公司、广州番禺职业技术学院、山东梦金园珠宝首饰有限公司、深圳市九五至尊珠宝有限公司、山东招金金银精炼有限公司、重庆市疾病预防控制中心(重庆市救灾防病应急处理中心)、重庆市金银珠宝首饰行业协会、上海凯来仪器有限公司、武汉上谱分析科技有限责任公司。

本文件主要起草人：朱勇、李立、王璇、李素青、张立新、黄博峻、杨婷婷、王忠善、杨佩、王春生、刘海彬、陈大鹏、曹维宇、陈丁滢、李新岭、黎辉煌、曹小勇、张志、刘化锋、奚波、王建军、宋杨、陈红霞、胡兆初、王超、孙芳、邵文英、李坤、胡晓燕、戴锐睿、李岚森、沈佳妮、王纯清、刘姣、张海龙、胡勇刚、高伟、史光宇。



金合金饰品 多元素含量测定
激光剥蚀-电感耦合等离子体质谱法

1 范围

本文件描述了采用激光剥蚀-电感耦合等离子体质谱法测定金合金饰品中镁、钛、铬、锰、铁、镍、铜、锌、砷、钨、铈、钡、银、铂、锡、铋、铟、镉、铅、铼含量的方法。
本文件适用于金含量不小于 990.00‰的金合金饰品中多元素含量的测定,元素及测定范围见表 1。

表 1 元素及测定范围

元素	质量分数 ^a ‰	元素	质量分数 ^a ‰
镁	0.001 6~0.056 0	钛	0.000 4~0.034 0
铬	0.000 2~0.010 0	锰	0.000 4~0.011 0
铁	0.000 6~0.043 0	镍	0.000 2~0.013 0
铜	0.000 3~4.000 0	锌	0.000 2~0.044 0
砷	0.001 0~0.063 0	钨	0.000 2~0.009 0
铈	0.000 2~0.067 0	钡	0.000 2~0.100 0
银	0.000 4~6.000 0	铂	0.000 2~0.071 0
锡	0.000 6~0.039 0	铋	0.000 2~0.043 0
铟	0.000 2~0.011 0	镉	0.000 2~0.017 0
铅	0.000 6~0.048 0	铼	0.000 2~0.063 0
^a 超出本测定范围可能也适用,但需要实验室对超出范围的测试进行验证。			

2 规范性引用文件

下列文件中的内容通过文中的规范性引用而构成本文件必不可少的条款。其中,注日期的引用文件,仅该日期对应的版本适用于本文件;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。



GB/T 43569 首饰和贵金属 贵金属及其合金的取样

3 术语和定义

本文件没有需要界定的术语和定义。

4 原理

金合金饰品经激光剥蚀,产生的细微颗粒由高纯惰性气体带入电感耦合等离子体质谱系统,测定各

元素质谱信号强度,根据校准曲线,计算各元素的含量。

5 试剂和材料

- 5.1 标准物质/标准样品:所选系列标准物质/标准样品主元素应与待测样品一致,其他元素含量应覆盖测定范围且有适当的梯度。
- 5.2 无水乙醇:分析纯。
- 5.3 氩气:纯度(体积分数)不小于 99.999%。
- 5.4 脱脂棉。

6 仪器设备

激光剥蚀-电感耦合等离子体质谱仪:主要包含激光剥蚀系统和电感耦合等离子体质谱系统,激光剥蚀系统的激光波长型号可选 266 nm、213 nm、193 nm 等,电感耦合等离子体质谱系统的质量分辨率优于 $(0.8\pm0.1)u$ 。

7 样品

标准物质/标准样品、待测样品采用无水乙醇(5.2)浸泡的脱脂棉进行擦拭清洁,样品的取样按 GB/T 43569 的规定执行。

8 试验步骤

8.1 平行试验

平行做 2 个单份试验,试验结果为 2 个单份试验值的平均值(相关示例见附录 A)。

8.2 空白试验

不加样品进行空白试验。

8.3 测定

- 8.3.1 测定前应至少进行一次预剥蚀,以保证取样部位平整、洁净。
- 8.3.2 以标准物质/标准样品中各元素的信号强度为纵坐标,同时以各元素的含量为横坐标绘制校准曲线,校准曲线的相关系数应不低于 0.99。各元素的推荐质量数见附录 B。
- 8.3.3 待测样品的单份试验按照 GB/T 43569 的规定选取取样部位并逐一测定,采集各元素信号,其与空白的信号强度之差为各元素的净信号强度,从相应的校准曲线上计算出各元素含量的实测值,求平均值后得到各元素含量的单份试验值。

9 试验数据处理

单份试验值按式(1)计算。



$$\omega_i = \frac{\sum_1^n \omega_{ij}}{n} \dots\dots\dots (1)$$

式中：
 ω_i ——元素 i 的质量分数，以千分数(‰)表示；
 ω_{ij} ——元素 i 在第 j 个取样部位的质量分数，以千分数(‰)表示；
 n ——取样部位个数。
计算结果表示到小数点后 4 位，元素检出限见附录 C。

10 精密度

10.1 重复性

在同一实验室，由同一操作者使用相同设备，按相同的测试方法，并在短时间内对同一被测对象相互独立进行测试获得的 2 次独立测试结果的测定值，在以下给出的平均值的范围内，这 2 个测试结果的绝对差值不超过重复性限(r)，超过重复性限(r)的情况不超过 5%，重复性限(r)按表 2 数据采用线性内插法或外延法求得。

表 2 重复性限

元素	质量分数 ‰	重复性限(r) ‰	元素	质量分数 ‰	重复性限(r) ‰
镁	0.004 1	0.000 8	钛	0.001 8	0.000 2
	0.007 9	0.001 6		0.008 1	0.001 1
	0.024 3	0.005 2		0.015 5	0.003 9
	0.054 1	0.005 8		0.033 0	0.003 7
铬	0.001 0	0.000 2	锰	0.000 4	0.000 2
	0.003 0	0.000 7		0.000 9	0.000 2
	0.005 1	0.000 9		0.003 4	0.000 8
	0.009 6	0.001 3		0.005 2	0.001 1
铁	0.001 1	0.000 5		0.010 9	0.001 7
	0.004 6	0.001 1	镍	0.000 6	0.000 2
	0.010 2	0.001 6		0.001 6	0.000 3
	0.021 5	0.004 2		0.004 1	0.000 7
	0.040 9	0.004 4		0.007 4	0.001 6
铜	0.000 3	0.000 1		0.012 1	0.001 5
	0.008 3	0.000 8	锌	0.000 2	0.000 1
	0.021 5	0.001 4		0.005 6	0.001 1
	0.063 3	0.011 8		0.010 6	0.003 0
	0.169 6	0.009 0		0.021 0	0.003 9
	3.919 3	0.054 4		0.043 9	0.004 8

表 2 重复性限 (续)

元素	质量分数 ‰	重复性限(<i>r</i>) ‰	元素	质量分数 ‰	重复性限(<i>r</i>) ‰
砷	0.009 1	0.001 6	钨	0.000 9	0.000 2
	0.020 9	0.006 4		0.002 4	0.000 7
	0.037 2	0.008 8		0.004 6	0.001 0
	0.065 8	0.005 2		0.009 1	0.001 0
铈	0.004 6	0.000 6	钼	0.001 1	0.000 2
	0.011 9	0.002 4		0.005 2	0.000 8
	0.034 6	0.003 8		0.010 2	0.001 6
	0.078 1	0.005 7		0.041 4	0.002 7
银	0.000 8	0.000 3	铂	0.100 1	0.006 1
	0.005 8	0.000 7		0.000 4	0.000 1
	0.016 6	0.001 8		0.005 9	0.000 4
	0.052 1	0.003 2		0.012 3	0.001 9
锡	0.148 7	0.008 5	铈	0.034 3	0.003 3
	5.999 4	0.089 1		0.070 2	0.006 9
	0.000 6	0.000 1		0.004 8	0.000 3
	0.003 9	0.000 4		0.010 7	0.002 3
铋	0.010 1	0.002 0	镉	0.022 9	0.003 3
	0.020 3	0.004 0		0.042 4	0.005 5
	0.039 4	0.008 0		0.000 2	0.000 1
	0.000 4	0.000 1		0.004 0	0.000 5
铅	0.002 0	0.000 4	铈	0.011 6	0.002 2
	0.002 9	0.000 5		0.017 0	0.003 2
	0.007 5	0.001 8		0.003 1	0.001 0
	0.010 9	0.001 5		0.005 1	0.000 5
镉	0.005 7	0.000 8	铈	0.027 0	0.004 1
	0.011 1	0.003 0		0.061 4	0.005 7
	0.028 3	0.007 9			
	0.047 5	0.006 8			

10.2 再现性

在不同的实验室由不同的操作者使用不同的设备,按相同的测试方法对同一被测对象相互独立进行测试获得的 2 次独立测试结果的测定值,在以下给出的平均值的范围内,这 2 个测试结果的绝对差值不超过再现性限(*R*),超过再现性限(*R*)的情况不超过 5%,再现性限(*R*)按表 3 数据采用线性内插法或

外延法求得。

表 3 再现性限

元素	质量分数 ‰	再现性限(R) ‰	元素	质量分数 ‰	再现性限(R) ‰
镁	0.004 1	0.001 4	钛	0.001 8	0.001 6
	0.007 9	0.003 8		0.008 1	0.005 0
	0.024 3	0.022 2		0.015 5	0.014 8
	0.054 1	0.017 1		0.033 0	0.008 9
铬	0.001 0	0.001 0	锰	0.000 4	0.000 6
	0.003 0	0.002 9		0.000 9	0.000 8
	0.005 1	0.003 7		0.003 4	0.004 0
	0.009 6	0.003 2		0.005 2	0.004 9
铁	0.001 1	0.001 9	镍	0.010 9	0.008 9
	0.004 6	0.002 1		0.000 6	0.000 6
	0.010 2	0.006 5		0.001 6	0.001 7
	0.021 5	0.014 3		0.004 1	0.003 8
铜	0.040 9	0.011 0	锌	0.007 4	0.006 8
	0.000 3	0.000 3		0.012 1	0.006 2
	0.008 3	0.002 5		0.000 2	0.000 2
	0.021 5	0.004 4		0.005 6	0.003 7
砷	0.063 3	0.048 1	钨	0.010 6	0.008 6
	0.169 6	0.010 0		0.021 0	0.020 3
	3.919 3	0.327 4		0.043 9	0.007 0
	0.009 1	0.003 6		0.000 9	0.000 7
铈	0.020 9	0.022 7	钼	0.002 4	0.002 2
	0.037 2	0.035 0		0.004 6	0.002 7
	0.065 8	0.026 5		0.009 1	0.003 9
	0.004 6	0.002 5	钡	0.001 1	0.001 1
铈	0.011 9	0.003 8		0.005 2	0.004 1
	0.034 6	0.014 8		0.010 2	0.003 5
	0.078 1	0.025 0		0.041 4	0.013 4
				0.100 1	0.016 6

表 3 再现性限（续）

元素	质量分数 ‰	再现性限(R) ‰	元素	质量分数 ‰	再现性限(R) ‰
银	0.000 8	0.000 6	铂	0.000 4	0.000 4
	0.005 8	0.003 5		0.005 9	0.003 3
	0.016 6	0.006 9		0.012 3	0.013 8
	0.052 1	0.018 5		0.034 3	0.015 8
	0.148 7	0.029 3		0.070 2	0.017 9
	5.999 4	0.227 3			
锡	0.000 6	0.000 3	铈	0.004 8	0.001 8
	0.003 9	0.003 3		0.010 7	0.006 2
	0.010 1	0.005 7		0.022 9	0.004 2
	0.020 3	0.022 2		0.042 4	0.052 9
	0.039 4	0.015 6			
铈	0.000 4	0.000 4	镉	0.000 2	0.000 2
	0.002 0	0.000 4		0.004 0	0.002 0
	0.002 9	0.001 3		0.011 6	0.005 8
	0.007 5	0.006 6		0.017 0	0.004 2
	0.010 9	0.002 5			
铅	0.005 7	0.003 1	铋	0.003 1	0.005 9
	0.011 1	0.014 5		0.005 1	0.000 6
	0.028 3	0.038 3		0.027 0	0.012 7
	0.047 5	0.026 3		0.061 4	0.017 6

11 质量保证和控制

应用标准物质/标准样品或控制样品,根据日常试验工作量定期校核本试验方法的有效性。当过程失控时,应找出原因,纠正错误后,重新进行校核。

12 试验报告

- 试验报告至少应给出以下几个方面的内容：
- 试验对象；
 - 所使用的标准编号；
 - 各元素的质量数；
 - 各元素的质量分数,包括单份试验值及试验结果；
 - 观察到的异常现象；
 - 试验日期；
 - 实验室盖章；
 - 试验报告签发人。

附录 A
(资料性)
金合金饰品中元素含量测定示例

A.1 足金手镯(金含量为 999.99‰)中银元素含量的测定

A.1.1 样品前处理

采用无水乙醇(5.2)浸泡的脱脂棉对标准物质/标准样品和样品进行擦拭清洁。

A.1.2 测定

A.1.2.1 设置预剥蚀条件、测定条件,标准物质/标准样品和样品的测定条件保持一致。

A.1.2.2 在系列标准物质/标准样品上选取具有代表性的取样部位,逐一采集银元素信号强度,绘制校准曲线。

A.1.2.3 单份试验 1:在样品上选取 3 个具有代表性的取样部位,逐一采集银元素信号强度后计算银元素含量的实测值,平均得到银元素含量的单份试验值。

A.1.2.4 单份试验 2:在样品上另选取 3 个具有代表性的取样部位,逐一采集银元素信号强度后计算银元素含量的实测值,平均得到银元素含量的单份试验值。

A.1.3 试验数据

足金手镯(金含量为 999.99‰)中银元素含量试验数据见表 A.1。

表 A.1 足金手镯(金含量为 999.99‰)中银元素含量试验数据

单份试验	实测值 ‰	单份试验值 ‰	试验结果 ‰
1	0.003 5	0.003 7	0.003 6
	0.003 9		
	0.003 7		
2	0.003 6	0.003 5	
	0.003 6		
	0.003 4		

由表 A.1 可知,足金手镯(金含量为 999.99‰)中银元素含量的单份试验值分别为 0.003 7‰、0.003 5‰,试验结果为 0.003 6‰。

A.2 足金戒指(金含量为 999.9‰)中铁元素含量的测定

A.2.1 样品前处理

采用无水乙醇(5.2)浸泡的脱脂棉对标准物质/标准样品和样品进行擦拭清洁。

A.2.2 测定

A.2.2.1 设置预剥蚀条件、测定条件,标准物质/标准样品和样品的测定条件保持一致。

A.2.2.2 在系列标准物质/标准样品上选取具有代表性的取样部位,逐一采集铁元素信号强度,绘制校准曲线。

A.2.2.3 单份试验 1:在样品上选取 3 个具有代表性的取样部位,逐一采集铁元素信号强度后计算铁元素含量的实测值,平均得到铁元素含量的单份试验值。

A.2.2.4 单份试验 2:在样品上另选取 3 个具有代表性的取样部位,逐一采集铁元素信号强度后计算铁元素含量的实测值,平均得到铁元素含量的单份试验值。

A.2.3 试验数据

足金戒指(金含量为 999.9‰)中铁元素含量试验数据见表 A.2。

表 A.2 足金戒指(金含量为 999.9‰)中铁元素含量试验数据

单份试验	实测值 ‰	单份试验值 ‰	试验结果 ‰
1	0.024 5	0.024 4	0.024 1
	0.024 0		
	0.024 8		
2	0.023 9	0.023 8	
	0.024 0		
	0.023 5		

由表 A.2 可知,足金戒指(金含量为 999.9‰)中铁元素含量的单份试验值分别为 0.024 4‰、0.023 8‰,试验结果为 0.024 1‰。



附 录 B
(资料性)
各元素的推荐质量数

各元素的推荐质量数见表 B.1。

表 B.1 各元素的推荐质量数

元素	质量数	元素	质量数
镁	24	钛	48
铬	52	锰	55
铁	57	镍	60
铜	63	锌	66
砷	75	钨	101
铈	103	钼	105
银	107	镉	111
锡	118	铋	121
铀	193	铂	195
铅	208	铀	209

附 录 C
(资料性)
各元素的检出限

各元素的检出限见表 C.1。

表 C.1 各元素的检出限

元素	检出限 % ₀	元素	检出限 % ₀
镁	0,000 5	钛	0,000 2
铬	0,000 1	锰	0,000 2
铁	0,000 2	镍	0,000 1
铜	0,000 1	锌	0,000 1
砷	0,000 3	钨	0,000 1
铈	0,000 1	钼	0,000 1
银	0,000 2	镉	0,000 1
锡	0,000 2	铂	0,000 1
铀	0,000 1	铋	0,000 1
铅	0,000 2		

www.bzxz.net

免费标准下载网