

T/CST

重庆标准化协会团体标准

T/CST 2—2020

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 adornment alloys—Determination of Multi-element contents—Laser
Ablation-inductively Coupled Plasma Mass Spectrometry

2020 - 03 - 24 发布

2020 - 04 - 24 实施

重庆标准化协会发布

全国团体标准信息平台

前 言

本标准按GB/T 1.1-2009给出的规则起草。

本标准由国家珠宝首饰质量监督检验中心（重庆）提出。

本标准由重庆标准化协会归口。

本标准起草单位：国家珠宝首饰质量监督检验中心（重庆）、山东梦金园珠宝首饰有限公司、中宝正信金银珠宝首饰检测有限公司、国家金银制品质量监督检验中心（上海）、国标（北京）检验认证有限公司、钢研纳克检测技术股份有限公司、山东招金金银精炼有限公司、河南省金银珠宝饰品质量监督检验中心。

本标准主要起草人：王璇、段飞、杨婷婷、黄博峻、朱勇、孙芳、邵文英、奚波、吕晓瑜、倪俊琳、王纯清、刘振江、胡芳菲、王长华、于磊、侯艳霞、刘庆斌、赵洪月、张绵慧、庄宇凯、冯桂坤、丁广慧、张辰子、彭晶晶。

全国团体标准信息平台

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

本标准规定了通过激光剥蚀-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、钎、铈、钇、银、镉、锡、锑、铋、铂、铅、铋20种杂质元素含量的方法。

本标准适用于杂质元素总含量介于0.0003%~1.0000%的金合金饰品。各元素测定范围见表1。

表1 元素及测定范围

元素名称	测定范围 ^a (质量分数, %)	元素名称	测定范围 ^a (质量分数, %)
²⁴ 镁	0.0000730~0.0095000	⁴⁸ 钛	0.0000140~0.0034000
⁵² 铬	0.0000030~0.0020000	⁵⁵ 锰	0.0000110~0.0024000
⁵⁶ 铁	0.0000240~0.0073000	⁶⁰ 镍	0.0000070~0.0028000
⁶³ 铜	0.0000270~0.7000000	⁶⁶ 锌	0.0000090~0.0044000
⁷⁵ 砷	0.0000480~0.0063000	¹⁰¹ 钎	0.0000020~0.0009000
¹⁰³ 铈	0.0000005~0.0140000	¹⁰⁵ 钇	0.0000050~0.0250000
¹⁰⁷ 银	0.0000120~0.1900000	¹¹¹ 镉	0.0000080~0.0017000
¹¹⁸ 锡	0.0000260~0.0057000	¹²¹ 锑	0.0000022~0.0071000
¹⁹³ 铋	0.0000005~0.0011000	¹⁹⁵ 铂	0.0000017~0.0190000
²⁰⁸ 铅	0.0000210~0.0073000	²⁰⁹ 铋	0.0000008~0.0110000

^a 规定的测定范围表示精密度试验研究过的范围, 超出该范围可能也适用, 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, 仅所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

金合金饰品经激光剥蚀, 产生的细微颗粒由载气带入电感耦合等离子体质谱仪, 测定各杂质元素的质谱信号强度。根据标准曲线, 计算各杂质元素的质量分数。

4 试剂与材料

4.1 氦气

纯度不小于 99.99%。

4.2 氩气

纯度不小于 99.99%。

4.3 标准样品/参考标样

所选系列标准样品/参考标样主元素应与待测样品一致，各杂质元素含量应覆盖分析范围且有适当的梯度。

5 仪器

5.1 激光剥蚀系统

激光剥蚀系统包括激光器、光束传输系统、剥蚀池和观测系统。

5.2 电感耦合等离子体质谱仪

质量分辨率优于 $(0.8 \pm 0.1) u$ 。

6 测试方法

6.1 测试环境

放置激光剥蚀-电感耦合等离子体质谱仪的环境条件应满足相应的仪器要求。

6.2 取样

样品的取样步骤按照 ISO 11596 的规定执行。

6.3 测试前准备

点燃等离子体，进行电感耦合等离子体质谱仪的预热，并使用仪器说明书推荐的溶液进行仪器调谐。

熄灭等离子体，连接激光剥蚀系统与电感耦合等离子体质谱仪，进行激光器的预热，按照仪器说明书进行仪器调谐。

6.4 标准样品的测定

采用时间分辨的数据采集模式进行数据采集。标准样品经激光剥蚀后进入等离子体质谱仪，待基线稳定后进行标准样品采集。以基线的信号强度为空白，同时测定各杂质元素的质谱信号强度。

6.5 绘制标准曲线

绘制标准曲线时，标准样品/参考标样中杂质元素和空白的信号强度值之差为该杂质元素的净信号强度，以杂质元素的含量为横坐标，以其净信号强度为纵坐标绘制标准曲线。通常情况下，标准曲线的相关系数应达到 0.99 以上。

6.6 样品测试

测试前对待测样品进行预剥蚀，以保证测试区域平整、洁净。在所选定的工作条件下，待测样品经激光剥蚀后进入等离子体，待基线稳定后，开始进行样品信号采集。以基线的信号强度为空白，同时测定各杂质元素的质谱信号强度，得到杂质元素净信号强度，依据标准曲线计算待测样品杂质元素含量。每件样品选取不少于三个不同位置的测试点。

7 结果计算

试样中各测试点杂质元素的含量以质量分数 W_i (%) 计，由其净信号强度通过标准曲线计算得到，结果保留至小数点后7位。检出限见附录A。

8 试验报告

试验报告应包括以下内容：

- a) 所有辨别样品、实验室及分析数据所需的内容；
- b) 使用的标准；
- c) 样品杂质元素的质量分数，包括单个测试点的值及平均值；
- d) 测试过程中任何异常情况的记录；
- e) 测试日期；
- f) 完成分析的实验室签章；
- g) 实验室负责人和操作人员的签名。

9 质量保证与控制

应用标准样品或控制样品，根据日常样品测试工作量定期校核本分析方法标准的有效性。当过程失控时，应找出原因，纠正错误后，重新进行校核。

附录 A
(规范性附录)
方法检出限

本方法的检出限见表 A.1。

表 A.1 方法检出限

元素名称	检出限 (%)	元素名称	检出限 (%)
²⁴ 镁	0.0000730	⁴⁸ 钛	0.0000140
⁵² 铬	0.0000030	⁵⁵ 锰	0.0000110
⁵⁶ 铁	0.0000240	⁶⁰ 镍	0.0000070
⁶³ 铜	0.0000270	⁶⁶ 锌	0.0000090
⁷⁵ 砷	0.0000480	¹⁰¹ 钷	0.0000020
¹⁰³ 铈	0.0000005	¹⁰⁵ 钷	0.0000050
¹⁰⁷ 银	0.0000120	¹¹¹ 镱	0.0000080
¹¹⁸ 锡	0.0000260	¹²¹ 铋	0.0000022
¹⁹³ 铀	0.0000005	¹⁹⁵ 铂	0.0000017
²⁰⁸ 铅	0.0000210	²⁰⁹ 铋	0.0000008