



中华人民共和国国家标准

GB/T 11886—2001

首饰含银量化学分析方法

Chemical analysis—Method of silver content in jewellery

2001-07-20 发布

2002-01-01 实施

中华人民共和国
国家质量监督检验检疫总局 发布

前 言

本标准是对 GB/T 11886—1989《首饰含银量化学分析方法》的修订。修订后的标准扩大了适用范围,更便于对足银首饰的检验。

本标准自实施之日起,同时代替 GB/T 11886—1989。

本标准由国家轻工业局提出。

本标准由全国首饰标准化技术委员会归口。

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、李秀英、李玉鹏、李武军。

首饰含银量化学分析方法

代替 GB/T 11886—1989

Chemical analysis—Method of silver content in jewellery

1 范围

本标准规定了银首饰中含银量的化学分析方法。

本标准适用于银含量 80.0%~99.5% 的银首饰。

注：当样品含银量超出本标准适用范围时，建议采用 GB/T 17832 进行测试。

2 引用标准

下列标准所包含的条文，通过在本标准中引用而构成本标准的条文。本标准出版时，所示版本均为有效。所有标准都会被修订，使用本标准的各方应探讨使用下列标准最新版本的可能性。

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)
(eqv 11427:1993)

3 方法原理

本标准采用伏尔哈特法(Volhard method)。在含有银离子的酸性溶液中，以硫酸铁铵为指示剂，用硫氰酸钾标准溶液进行滴定，硫氰酸根首先与溶液中的银离子反应生成难溶的硫氰酸银白色沉淀，当银离子沉淀完全后，过量一滴的硫氰酸根与三价铁离子反应生成红色的硫氰酸铁络合物，即为终点。

4 试剂和材料

4.1 标准银：纯度在 99.99% 以上。

4.2 硝酸($\rho=1.40$ g/mL)

4.3 硝酸(1+2)

4.4 混合酸：硝酸(4.2)：硫酸($\rho=1.84$ g/mL)=5：1

4.5 硫氰酸钾标准溶液

4.5.1 配制

用药物天平称取分析纯硫氰酸钾 45.5 g，置于 250 mL 烧杯中，加入少量蒸馏水溶解后转移到 5 000 mL 试剂瓶中，再加蒸馏水稀释至 5 000 mL，充分摇匀，静置 3 天。

4.5.2 标定

用分析天平精确称取标准银两份，每份质量 0.300 0 g~0.500 0 g，分别置于 250 mL 的锥形瓶中。加入硝酸(4.3)10 mL，于电炉上低温加热，使其全部溶解至氮氧化物黄烟消失，取下冷却，加入 80 mL 蒸馏水，滴加硫酸铁铵指示剂溶液 1 mL~2 mL，用硫氰酸钾标准溶液滴定至淡红色为终点。记下消耗硫氰酸钾标准溶液的体积 V_1 (平行标样消耗硫氰酸钾标准溶液体积之差不大于 0.05 mL)，并按式(1)计算：

$$T = \frac{m}{V_1} \dots\dots\dots (1)$$

式中： T ——每毫升硫氰酸钾标准溶液相当于纯银的克数， g ；

m ——称取标准银的克数， g ；

V_1 ——标准银消耗硫氰酸钾标准溶液的毫升数， mL 。

4.6 硫酸铁铵指示剂：用药物天平称取分析纯硫酸铁铵 $5 g$ ，置于 $250 mL$ 烧杯中，加入少量蒸馏水，使其成为饱和溶液。然后滴加硝酸至褐色消失，用蒸馏水稀释至 $50 mL$ ，摇匀。

5 仪器设备

5.1 分析天平一台，感量为 $0.1 mg$ ，精度等级为三级。

5.2 $250 mL$ 锥形瓶。

5.3 $50 mL$ 酸式滴定管。

5.4 $50 mL$ 棕色试剂瓶一个。

5.5 $1 kW$ 可调温电炉一台。

5.6 药物天平一台，感量为 $0.5 g$ 。

6 分析步骤

用分析天平称取试样两份，每份质量 $0.300 0 g \sim 0.500 0 g$ ，分别置于 $250 mL$ 锥形瓶中。每瓶加入硝酸(4.3) $10 mL$ ，置于电炉上低温加热，使试样完全溶解至氮氧化物黄烟消失，取下冷却[当样品中含有锡时，需加入混合酸(4.4)溶解]。每瓶加入 $80 mL$ 蒸馏水，滴加硫酸铁铵指示剂溶液 $1 mL \sim 2 mL$ ，摇匀。然后用硫氰酸钾标准溶液进行滴定，至溶液呈淡红色即为终点。记下试样消耗硫氰酸钾标准溶液的毫升数 V_2 (平行试样消耗硫氰酸钾标准溶液之差不大于 $0.05 mL$)。

7 分析结果的计算

7.1 银的百分含量按式(2)计算：

$$Ag(\%) = \frac{T \cdot V_2}{m} \times 100 \quad \dots\dots\dots(2)$$

式中： T ——每毫升硫氰酸钾标准溶液相当于纯银的克数， g ；

V_2 ——试样消耗硫氰酸钾的毫升数， mL ；

m ——称取试样的克数， g 。

7.2 允许差：小于 0.2% 。