

DB37

山 东 省 地 方 标 准

DB37/T

—20XX

## 含钌铱钨金饰品 金含量的测定

Determination of gold content in gold jewelry containing osmium, iridium and  
ruthenium

(征求意见稿)

2020 – XX – XX 发布

2020 – XX – XX

山东省市场监督管理局 发布



目 次

前言 ..... 2

1 范围 ..... 3

2 规范性引用文件 ..... 3

3 术语和定义 ..... 3

4 原理 ..... 3

5 试剂和材料 ..... 3

6 仪器设备 ..... 3

7 样品 ..... 4

8 试验步骤 ..... 4

9 试验数据处理 ..... 5

10 重复性 ..... 6

11 试验报告 ..... 6

附录 A（资料性附录） 还原金中测定的杂质元素及推荐波长

## 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。

本文件由山东省黄金珠宝标准化技术委员会提出。

本文件由山东省黄金珠宝标准化技术委员会归口。

本文件起草单位：国家黄金钻石制品质量监督检验中心、烟台鲁东分析测试有限公司、山东招金金银精炼有限公司、山东蓝天首饰有限公司。

本文件主要起草人：

# 含钹铍钨金饰品 金含量的测定

## 1 范围

本文件规定了采用金还原法和电感耦合等离子体发射光谱法（ICP-OES）测定含钹铍钨金饰品中金含量测定的方法。

本文件适用于金含量为600‰～990‰（钹、铍、钨合计含量为10‰～400‰）的金饰品。

## 2 规范性引用文件

本文件没有规范性引用文件。

## 3 术语和定义

### 3.1

**还原金 reduction gold**

采用水合肼将溶液中化合态的金还原成单质金的产物。

## 4 原理

称取金饰品样品，溶于王水。将溶液过滤，滤液在酸性条件下，用水合肼将化合态的金还原成单质金。过滤后将沉淀物灰化灼烧，称量后溶于王水。用电感耦合等离子体发射光谱法（ICP-OES）测定还原金中杂质元素含量，合并计算样品的金含量。

## 5 试剂和材料

除非另有说明，在分析中使用确认为分析纯的试剂和二级水或相当纯度的水。

5.1 盐酸（HCl），质量分数为36%～38%。

5.2 硝酸（HNO<sub>3</sub>），质量分数为65%～68%。

5.3 王水：盐酸（4.1）和硝酸（4.2）的体积比为3:1，使用前配置。

5.4 水合肼（N<sub>2</sub>H<sub>4</sub>·H<sub>2</sub>O），质量分数为80%。

5.5 标准储备溶液（可含有氯化物和硝酸盐），Pt、Pd、Cu、Zn、Fe为100 mg/L于1 mol/L盐酸（4.1）或硝酸（4.2）介质中。

5.6 标准储备溶液（含有硝酸盐），Ag、Pb为100 mg/L于1 mol/L硝酸（4.2）介质中。

## 6 仪器设备

6.1 电感耦合等离子体发射光谱仪（ICP-OES）；具有波长扫描或全谱直读及背景校正功能；仪器分辨率优于0.02 nm，检测限不大于0.05 mg/L；相关元素的参考推荐波长见附录A。

6.2 分析天平，分度值为0.01 mg

6.3 压片机，精钢镜面压辊。

- 6.4 可控温电热板。
- 6.5 马弗炉，最高炉温1000 ℃。
- 6.6 真空泵。
- 6.7 抽滤瓶。
- 6.8 布氏漏斗。

## 7 样品

将样品用压片机（5.3）压制成厚度不大于 0.2 mm 的薄片，剪成直径不大于 2.5 mm 的碎屑，充分混匀。用温热 HCl（1+2）浸泡 10 min，去离子水冲洗干净，无水乙醇浸洗以处理油渍，取出干燥备用。

## 8 试验步骤

### **警示——实验时应具备必须的安全、健康和环保措施。**

### 8.1 还原金的制备

- 8.1.1 准确称取 2 g 样品三份，精确至 0.01 mg。
- 8.1.2 将样品放入 150 mL 烧杯中，加入约 5 mL 去离子水及 30 mL 王水(4.3)，盖上表面皿，置于电热板(5.2)上逐渐升温加热，待样品中金完全溶解后，去离子水冲洗表面皿并移去，继续加热至溶液剩余约 5 mL，加入盐酸(4.1)10 mL，蒸至溶液剩余体积约 5 mL 以赶除硝酸，从电热板上取下烧杯时趁热以去离子水冲洗烧杯壁，控制溶液体积至约 50 mL，摇匀静置。
- 8.1.3 用布氏漏斗(5.8)抽滤，干净抽滤瓶（5.7）承接滤液，去离子水反复冲洗烧杯与沉淀及漏斗。滤液转入 500 mL 烧杯，用少量去离子水冲洗抽滤瓶（5.7），溶液并入样品溶液，控制滤液体积约 250 mL。
- 8.1.4 在不断搅拌下，向样品溶液缓慢滴入水合肼(4.4)，将化合态的金还原为单质金沉淀出来。当滴入水合肼(4.4)后溶液不再反应产生气泡，液面并由灰白色变深黑色时，可认为已基本沉淀完全，过量加入水合肼(4.4)2 mL，确保金全部被还原。充分搅拌后溶液静置 2 h。
- 8.1.5 过滤沉淀，并用去离子水洗净沉淀与布氏漏斗。滤液弃去，将滤纸包裹沉淀一并转入事先处理干净的 30 mL 瓷坩埚中。
- 8.1.6 将瓷坩埚放入马弗炉(5.5)内，马弗炉门敞开一定的缝隙，由室温升至 300 ℃并保温 30 min，减小炉门缝隙继续升温至 500 ℃保温 40 min，关闭马弗炉门升温至 900 ℃保温 40 min。取出坩埚后稍冷放入装有干燥剂的干燥器内，待其冷却后将坩埚内还原金倒入天平称样盘称重，其质量为  $m_1$ 。

### 8.2 还原金中杂质元素测定溶液制备

将称重后还原金放入原 150 mL 烧杯中，加入少量去离子水及 10 mL 王水(4.3)，盖上表面皿，置于电热板上加热。待还原金完全溶解后，去离子水冲洗表面皿并移去，继续加热至溶液剩余约 3~5 mL，加入盐酸(4.1)5 mL，蒸至溶液剩余体积约 5 mL 以赶除硝酸。再加盐酸(4.1)20 mL，继续加热 3 min，从电热板上取下趁热以去离子水冲洗烧杯壁，摇匀静置冷却，去离子水转入 200 mL 容量瓶，定容摇匀备用。同流程制作空白溶液两份。

### 8.3 Pt、Pd、Ag、Cu、Zn、Fe、Pb 校正溶液（10 mg/L）的制备

分别移取各为100 mg/L的 Pt、Pd、Ag、Cu、Zn、Fe、Pb标准储备溶液（4.5、4.6）10 mL，至事先已加入10 mL盐酸（4.1）的100 mL容量瓶中，去离子水定容摇匀备用。同流程制作0 mg/L校正溶液。

#### 8.4 测试

ICP法测定还原金溶液（7.2.1）中的铂、钯、银、铜、锌、铁、铅浓度，并加合计算出以上杂质元素总质量  $m_2$ ，其结果合并计算金含量。

根据ICP仪器说明书设置仪器测试程序并选择合适的分析波长与背景校正，波长的选择可参照附录A。测试时应保证矩管、雾化室和进样系统未受污染，仪器应点燃等离子炬运行一定时间并待仪器稳定后再行测定。

按仪器标准曲线法测试程序先测试校正溶液，然后测样品溶液。

测试结果应以足够的小数位数表示，以便准确给出相关元素的检测限及满足分析误差要求。

测试时应保证每次测定的溶液吸入时间不少于30 S，积分时间应依据被测元素灵敏度与含量设定，积分次数2次。

如果确定样品中含有附录中未列入的其他元素，且该元素既溶于王水也能被水合肼还原其含量超过检出限，也应予以检测。

### 9 试验数据处理

#### 9.1 校正曲线

用0 mg/L和10 mg/L校正溶液每个元素的浓度和净强度制作每个元素的校正曲线。

#### 9.2 计算

由校正曲线（9.1）和元素*i*的净强度可分别得到还原金溶液中杂质元素*i*的浓度  $C_i$ ，将各杂质元素的浓度加合（ $\sum C_i$ ）乘以溶液定容体积（ $V_s$ ），按式（1）计算得出溶液中杂质元素总质量（ $m_2$ ）。

$$m_2 = \sum C_i \times V_s / 1000 \quad \dots\dots\dots(1)$$

$$\text{即 } m_2 = (C_{Pt} + C_{Pd} + C_{Ag} + C_{Cu} + C_{Zn} + C_{Fe} + C_{Pb}) \times V_s / 1000$$

式中：

$m_2$ —各杂质元素的加合总质量，单位为（g）。

$C_i$ —溶液中各杂质元素的浓度，单位为（mg/L）。

$V_s$ —还原金溶液定容体积，单位为升（L）。

将还原金称重质量（ $m$ ）减去还原金溶液中杂质元素总质量（ $m_2$ ），除以取样质量（ $m_s$ ），用式（2）

计算得出金含量  $\omega_{Au}$ 。样品中金含量  $\omega_{Au}$ 以‰表示，见式（2）。

$$\omega_{Au} = (m - m_2) \times 1000\% / m_s \quad \dots\dots\dots(2)$$

式中：

$\omega_{Au}$ —样品中金的质量分数，以‰表示。

$m$ —还原金（含杂质元素）质量，单位为克(g)；

$m_e$ —还原金中杂质元素质量，单位为克(g)；

$m_s$ —取样质量，单位为克(g)；

结果表示到小数点后一位。

## 10 重复性

平行测定结果的绝对差值应不大于5‰，如大于该值，应重复试验。

## 11 试验报告

试验报告应包括：

- 样品的识别：包括样品的来源、接收日期、样品状态与质量；
- 样品照片与唯一性标识；
- 检测依据；
- 样品金的质量分数（‰）；
- 测试过程中异常情况的记录；
- 报告报出日期；
- 实验室签章；
- 实验室授权签字人及操作人员的签名。



附 录 A  
(资料性附录)  
还原金中测定的杂质元素及推荐波长

含钌铱钨金饰品金含量测定中的杂质元素及推荐波长见下表。当存在光谱干扰时，可使用其他可用波长。

表A 含钌铱钨金饰品中金含量测定中的杂质元素及推荐波长 单位：nm

元素	波长	其他可用波长
Ag	328.068	—
Cu	324.754	—
Fe	259.939	—
Pb	220.353	168.220
Pd	340.458	360.955
Pt	265.945	306.471
Zn	213.856	—