

**山东省地方标准**  
**《含钹铍钎金饰品 金含量的测定》**  
**编制说明**

**《含钹铍钎金饰品 金含量的测定》起草组**

**二〇二〇年九月**

# 《含钨铋钨金饰品 金含量的测定》

## 编制说明

### 一、工作简况

#### 1 任务来源

近年来，市场上出现金饰品中含有钨、铋、钨等掺假现象，导致金成色不足。在暴利驱使下，造假者根据金和钨、铋、钨的特性，利用金、钨、铋、钨四种元素 X 荧光能量图谱非常接近、一般能量色散型 X 荧光仪检测无法区分金与三元素谱线，而且三元素密度与金极为相近，致使比重法检测得出错误结论等不足，将据传由海上走私进来的某种含钨、铋、钨(业内俗称干砂)的工业废料熔入黄金，进行掺假牟取不义之财。随着这种不法行为的逐渐扩散，目前已由福建沿海地区渗透至我省部分县乡。

目前国内暂无针对含钨、铋、钨金饰品中金含量的检测标准。现有的相近国标分析方法检测该类金饰品中的金含量存在方法准确性不足，适用范围较窄。因此需要制定出更科学更具有可操作性的检测标准，用以明确的指导各检测机构在日常工作中遇到的问题，使珠宝质检机构有据可依，为行业发展提供技术支撑和保障。

《含钨铋钨金饰品 金含量的测定》是由国家黄金钻石制品质量监督检验中心提出，山东省黄金珠宝标准化技术委员会归口，于 2018 年 8 月 17 日由山东省市场监督管理局以鲁标改办发[2018]2 号文批准立项。2019 年 12 月，在济南召开的山东省黄金标准化技术委员会 2019 年度年会上对所做阶段性工作进行了汇报，计划于 2020 年底完成标准制定任务。

#### 2 标准编制的目的和意义

近年来，福建沿海地区出现了一种掺入钨铋钨的金饰品，不法分子利用此种掺假金饰品进行私下交易，欺骗消费者。因此，亟需建立测定含钨铋钨金饰品中金的分析方法标准。

经过标准查询，目前国内外尚没有测定含钨铋钨金饰品中金的国家/行业方法检测标准。建立该方法的山东省地方标准，将使本项检测在山东省内有统一的方法可依，能够提供相对较为准确可靠的方法，为含钨铋钨金饰品中金含量的测定提供可靠的技术指导，将对贵金属检测起到积极而重要的作用。

### 3 主要工作过程

#### 3.1 起草工作

项目启动后，我们成立了标准制定项目组，制订了标准项目推进计划和工作思路。

查阅了国内外有关含钶铈钒金中金测定的资料，制定了方法草案和技术路线。据此，按照制定的试验计划进行了试验，并根据遇到的问题多次调整方法思路，系统地进行了各项条件试验，编制了标准征求意见稿及编制说明。

#### 3.2 年度工作总结会会议纪要

2019年11月27日山东黄金标准化技术委员会在济南召开了技术委员会年度工作总结会，本项目做了阶段性工作汇报，参加会议的黄金标委会的委员及专家对汇报提出如下要求：

- 1) 《含钶铈钒金饰品 金含量的测定》起草单位继续进行相关的试验。
- 2) 计算样品的回收率，不确定度。
- 3) 将样品做准确性实验，外送做方法验证。
- 4) 会议通过了《含钶铈钒金饰品 金含量的测定》标准方法初审稿。

根据初审会上专家提出的意见，项目组对方法进行了补充方法试验，将起草方法试验报告交由方法验证单位进行了方法验证。

## 二、标准编制原则和标准主要工作内容的确定

### 1. 编制原则

本标准格式按照 GB/T 1.1-2020《标准化工作导则 第一部分：标准的结构与编写规则》以及 GB/T 2001.1-2001《标准编写规则 第4部分：化学分析方法》的规定格式进行编写。

本标准的编制参照近期发布的相应国标（包括格式、表述、顺序及用语）。

本标准编制技术思路：

利用钶、铈、钒三元素均不溶于硝酸与盐酸（1+3，即通常称为王水）的混合酸这一特性，将三元素与溶于混合酸中的金相互分离，以水合肼还原金，采用电感耦合等离子体发射光谱法测出还原金中的杂质，重量法得出金含量。

### 2. 确定标准主要内容的论据

本标准主要内容特别是分析方法与所有分析操作均依据以下相关实验取得的数据

分析后制定形成。

对于含钺铱钉金饰品中金含量的测定，如若采取直接取样进行分析，则出现表 1 中的结果。

表 1 直接取样 5 克分析结果

编号	金含量 (%)
1#	66.67
2#	68.24
3#	64.34
4#	67.25
5#	64.16
平均值	66.13
RSD(%)	2.73
极差	4.08

由表 1 可见，直接称取样品测得金含量平均值为 66.13%，极差为 4.08。由此可见，不作其他影响内外结构的改变，直接截取一段项链取样进行检测，分析结果离散性很大，由此推测样品是不均匀的。而当采用能量色散型 X 荧光光谱仪无损检测此样品时，结果却为金 999.9‰，见图 1。

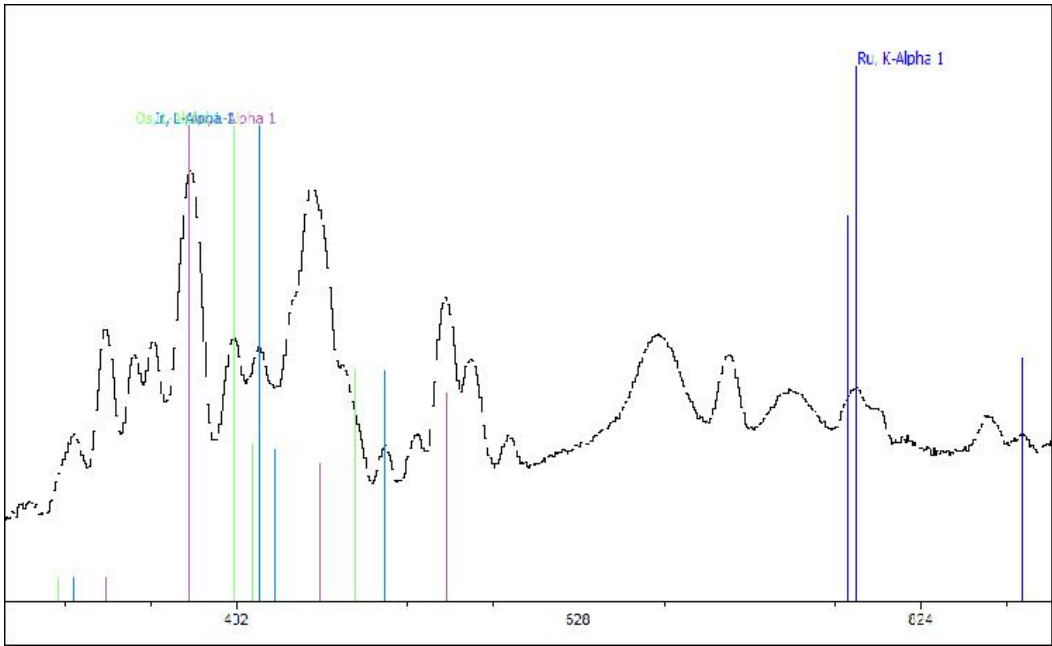


图1 样品X荧光光谱仪无损检测图谱

### 2.1 样品均匀性的影响

分析样品取样遵循的基本原则是追求样品的代表性，而样品代表性的基本要求是样品的均匀性。首先，我们从专业理论方面进行了探讨。

表2 钶、铱、钌、金的物理特性

元素 符号	熔点 (℃)	相对原 子质量	密度 g/cm <sup>3</sup>	维氏硬(HV) (退火态)	溶于混合酸 (王水)
钶(Os)	3045	190.20	22.59	350	不溶
铱(Ir)	2454	192.22	22.56	200	不溶
钌(Ru)	2315	101.07	12.41	250	不溶
金(Au)	1064	196.97	19.32	26	溶

由表2中钶、铱、钌与金的物理特性可见：

①. 钶、铱、钌三元素分别具有大大高于金的熔点，尤以钶为最，达3000℃以上。据此可知，在通常金的熔融温度1064℃三元素根本就不与金互熔。

②. 钶、铱两元素分别具有大于金的密度，即重于金，达22g/cm<sup>3</sup> 以上。同理，在通常金的熔融温度下，三元素互熔体多分布于与金混熔体的下部。

由此造成了含钶、铱、钌金饰品样品的不均匀性。我们采用多种分析手段验证了上述现象。

#### 2.1.1 杂质元素种类的确定

通过扫描电镜与电子探针图、能量色散型X荧光光谱图，确定受检样品中是否含有钶铱钌等杂质元素。

含钶、铱、钌金饰品样品见图1。



图2 样品图

由图2可见，掺有钶、铱、钌的金饰品如图中项链，粗看除颜色偏无光泽黄色及略有做旧感外，并无其他明显差异。

样品经压片后应用扫描电镜对其进行分析，见图3。

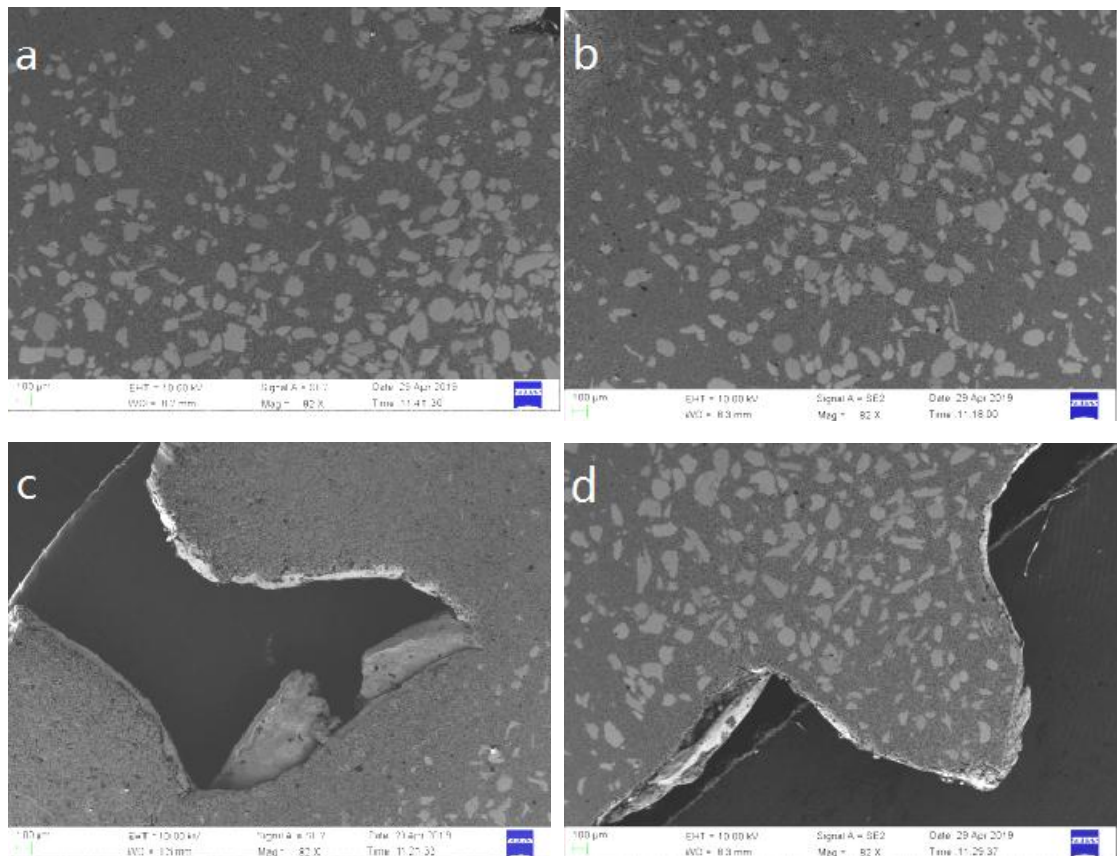


图3 样品压片电镜图

图a为样品中间部位，其中间略偏左上部杂质微粒明显见少，而其他区域杂质微粒分布基本均匀。图b其左右上三边缘杂质微粒明显偏少于中间部位，而其中间区域杂质微粒分布基本均匀。

图c为压片边缘部位，其整个所测区域杂质微粒分布基本均匀。

图d同为压片边缘部位，其整个所测区域除右下角出现少量杂质微粒外基本全为金。

由此可见，在整个样品中杂质元素分布是极不均匀的。

### 2.1.2 杂质元素钼、铌、钨三者之间相对含量范围的确定

选取相对均匀的样品采用电子探针进行钼、铌、钨三者之间相对含量范围的测定。

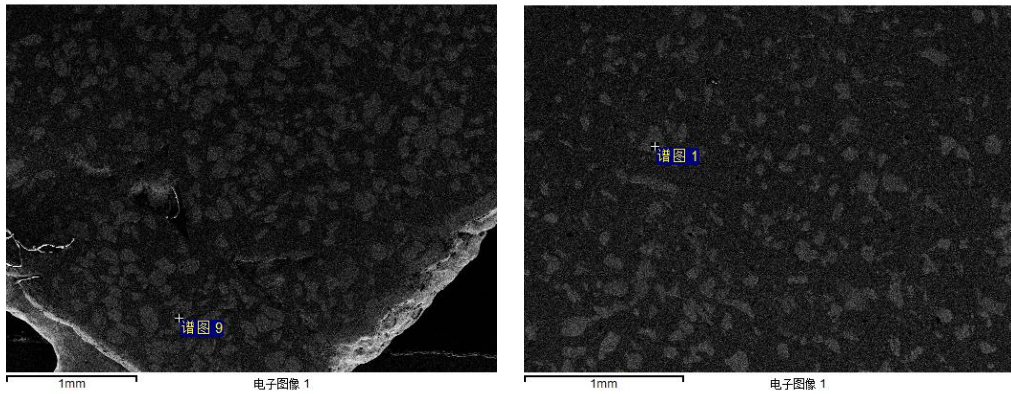
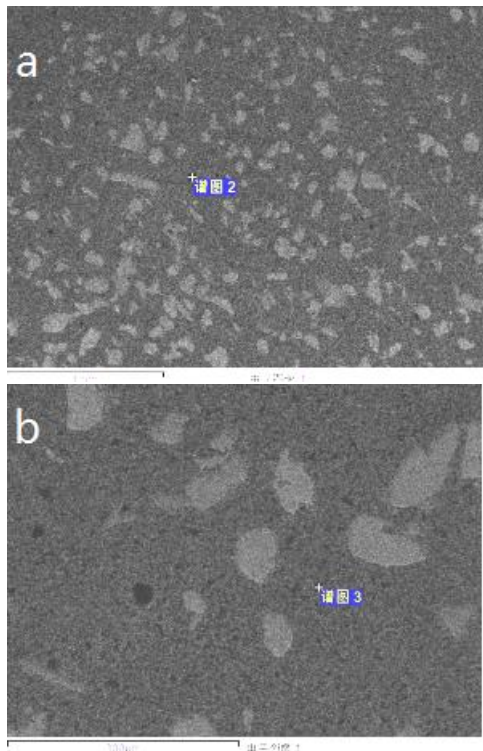


图 4 电子探针图

表 3 各元素百分比

元素	重量 百分比	原子 百分比	元素	重量 百分比	原子 百分比
Os L	47.42	60.69	Os L	45.37	57.96
Ru L	15.32	17.25	Ru L	18.32	20.59
Ir M	37.26	22.06	Ir M	36.31	21.45
总量	100.00		总量	100.00	

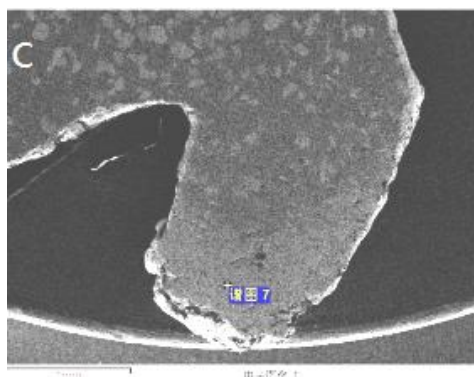
表3列出了样品中钌、铱、钨的重量百分比和原子百分比，两种百分比显示出相同的规律，即钌量最大，铱居中，钨量最少。当电子探针检测位置为金主体上时，见图5-a，图5-b，图5-c中所示。



元素	重量	原子
	百分比	百分比
Al K	1.59	10.53
Au M	98.41	89.47
总量	100.00	

元素	重量	原子
	百分比	百分比
Au M	100.00	100.00
总量	100.00	

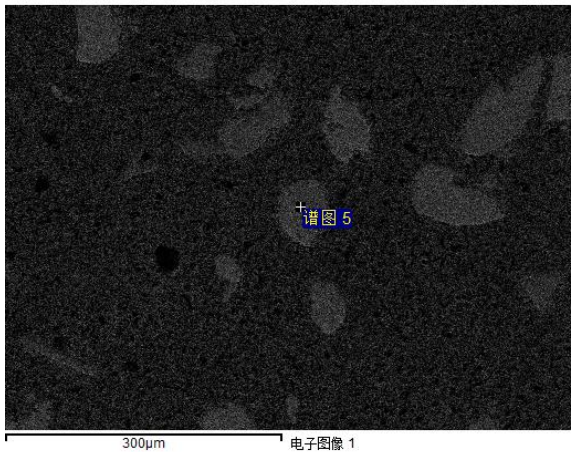




元素	重量	原子
	百分比	百分比
Au M	100.00	100.00
总量	100.00	

图5 探针检测位置在金主体和样品边缘部分

即便是样品的边缘部分，仍几乎以金为主。但样品边缘部分的杂质微粒测得结果与中间部分杂质含量依然相近，见图6。



元素	重量	原子
	百分比	百分比
Os L	53.67	68.12
Ru L	8.85	9.88
Ir M	37.48	22.00
总量	100.00	

图6 电子探针检测位置为杂质微粒上

当电子探针检测位置为杂质微粒上时钨、铱、钌三者之间相对含量范围见下表4。

表4 钨、铱、钌重量百分比与原子百分比

元素	重量百分比				原子百分比			
Os	47.42	45.37	53.67	45.37-53.67	60.69	57.96	68.12	57.96-68.12
Ru	15.32	18.32	8.85	8.85-18.32	17.25	20.59	9.88	9.88-20.59
Ir	37.26	36.31	37.48	36.31-37.48	22.06	21.45	22.00	21.45-22.06
总量			100.00				100.00	

由表4，可推论：

①多次测定钨、铱、钌三元素其重量百分比及原子百分比基本稳定在一定范围内，说明这三个元素已经互熔为一体，扫描电镜所显示的非金杂质微粒应为钨、铱、钌三元素高温互熔物，而非钨、铱、钌三元素的各自独立金属微粒。样品中钨、铱、钌三



元素高温互熔物的重量百分比与原子百分比显示出相同的规律，即钺量最大铈居中钨量最少。

②钺、铈、钨三元素分别具有大大高于金的熔点，其三元素高温互熔物也应具有远高于金的熔点。据此可知，在通常金的熔融温度下三元素高温互熔物根本就不与金互熔，而是混熔。

③钺、铈两元素分别具有大于金的密度，钨虽密度小于金但其占比小，因此三元素高温互熔物也应具有高于金的密度即重于金。同理，在通常金的熔融温度下，三元素高温互熔物多易分布于与金混熔物的下部。

由于以上因素造成了含钺、铈、钨金饰品样品的不均匀性。

### 2.1.3 样品硬度测试

应用维氏硬度计对含钺、铈、钨金饰品样品进行检测。图7再一次证明了样品中钺、铈、钨三元素互熔一体与金未能互熔。



图 7 整体维氏图

当维氏硬度计探头打在金主体上时，测得样品维氏硬度为 50HV。见图 8。

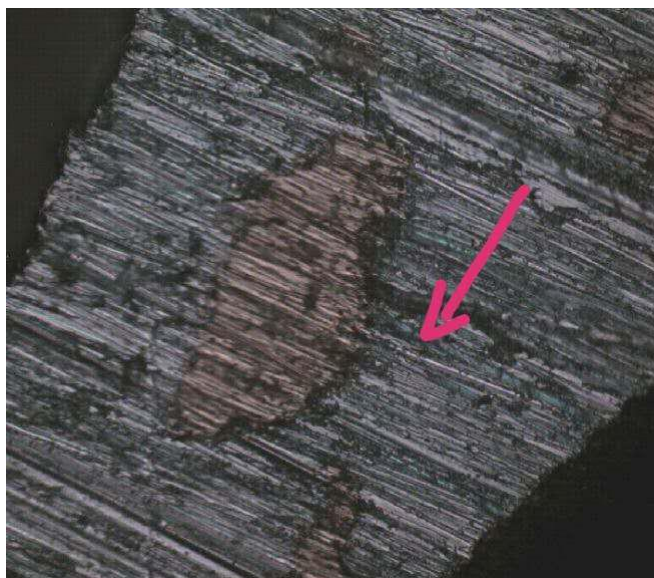


图 8 金主体维氏硬度为 50HV

而当维氏硬度计探头打在铍、钨三元素互熔物上时，测得样品维氏硬度高达 307HV。此现象完全符合四元素的物理特性。见图 9。



图 9 互熔物维氏硬度高达 307HV

## 2.2 取样前样品加工制备

### 2.2.1 直接取样

将掺入钨铍钨的金项链仅作表面清洁处理，不作其他影响内外结构的改变，直接截取一段项链按不同取样量进行检测，结果见表 5：

表 5 直接取样不同取样量分析结果

直接取样	重量（克）	金含量（%）	平均值（%）	极差（%）	RSD（%）	不确定度
1#	1.99269	64.86				
2#	1.99233	65.61	66.94	5.48	3.58	1.72
3#	2.11863	70.34				
4#	5.00940	66.67				
5#	4.99949	68.24				
6#	5.00507	64.34	66.13	4.08	2.73	0.81
7#	5.00350	67.25				
8#	5.01863	64.16				

表 5 所显示的规律与深圳某检测结构对此类样品分析结果展现出的规律高度吻合。可见，上述取样方式即便采取多取样达 5 克，分析结果离散度虽有所改善，但极差由 6% 仅降低至 4%，RSD 由 3.58 降低到 2.73，仍解决不了样品不均匀造成的影响，分析结果离散性大，准确性差。继续加大取样量理论上可行但现实工作中不易实施，这样既增大了送样量和分析工作量，同时对分析结果离散性及准确性改善又很有限，故不予考虑。

由于样品均匀性的影响，直接取样难以满足检测的需求。为此，采用以下两措施解决这一关键因素：

- ①. 将清洁后的样品压成一定厚度的薄片。
- ②. 将压制的样品薄片剪成一定直径的碎屑并充分混匀。

### 2.2.2 样品压片厚度的影响

将样品压成不同厚度的薄片，剪成直径 0.5cm 的碎屑并充分混匀，称样 5 克，其分析结果见表 6。

表 6 不同厚度样品		Au: (%)
	0.2mm	0.5mm
1#	68.61	68.67
2#	68.59	66.34
3#	69.37	67.85
平均值	68.85	67.62
极差	0.78	2.33
RSD	0.65	1.75

由表6可知，被测样品压至厚度0.2mm时其金含量分析结果显示均匀性优于厚度0.5mm。至此厚度压片机两压辊已相互接触，继续压薄已无意义，因此确定样品压薄厚度为0.2毫米左右。

### 2.2.3 样品薄片直径的确定

将压至0.2毫米左右的样品薄片剪成边长5\*5毫米的方形薄片，充分混匀后留样。将边长5\*5毫米的方形薄片进一步剪成边长2.5\*2.5毫米的方形薄片，充分混匀后留样。

称样5克，其分析结果见表7。

	表7 不同直径样品		Au: (%)
	2.5*2.5mm	5*5mm	
1 <sup>#</sup>	69.36	68.61	
2 <sup>#</sup>	69.32	68.59	
3 <sup>#</sup>	68.86	69.37	
平均值	69.18	68.85	
极差	0.50	0.78	
RSD	0.40	0.65	

表7显示，被测样品剪成边长2.5\*2.5毫米的方形薄片时，其金含量分析结果显示其极差与RSD均优于5\*5毫米，说明其均匀性更佳。且5\*5毫米分析结果中曾有一个离散值（66.34%）对平均值影响更大，很明显一个5\*5毫米大样品片带来的误差其相对影响要大于2.5\*2.5毫米，因为2.5\*2.5毫米的面积仅为5\*5毫米的四分之一。

依据以上实验可推论出：压至厚度0.2mm的被测样品剪成边长小于2.5毫米的碎屑充分混匀后随机取样基本满足样品分析准确性的要求。

### 2.2.4 取样量

用于检测的样品重量直接关系到样品的代表性以及分析误差。对厚度约0.2mm边长小于2.5毫米的被测样品碎屑分别取不同重量样品，其分析结果如表8。

表8 不同取样量品分析			Au: (%)
	1 克	2 克	5 克
1 <sup>#</sup>	68.98	68.61	69.36
2 <sup>#</sup>	69.28	68.59	69.32
3 <sup>#</sup>	70.02	69.37	68.76
平均值	69.43	68.85	69.15
极差	1.04	0.78	0.60
RSD	0.79	0.65	0.49

经以上处理的样品原则上取2克即能满足分析的需要，取5克虽更为有益，但提高幅度不大，一次双份分析即消耗10克样品，徒增样品需求量。若样品碎屑边长大于2.5毫米小于5.0毫米则可考虑取5克样重。为降低取样风险，不宜取1克样。

综上所述，采取将清洁后的样品压成厚度约0.2mm的薄片，剪成边长小于2.5毫米的碎屑充分混匀，称取不低于2克以上样品等措施可明显降低样品不均匀性的影响，提高了分析结果的准确性。

### 2.3 样品溶液制备方法的选择

钨铱钉虽为铂族元素与金同为贵金属，但金溶于王水而钨铱钉则不溶于王水，利用这一关键不同可将金与钨铱钉分离于固体或液体。我们希望金只要能全部溶于王水转入液体即可，而钨铱钉与金分离保持固体状态越少溶于王水越好。

通常酸溶金多为王水直接溶解、王水微波消解及王水高压容器消解等方法。微波消解及高压容器消解比王水直接溶解溶金更彻底，但同时也增大了钨铱钉不必要的溶解，并且两法都对取样量有一定的限定即仅适用于取少量样品（多为不超过0.5g）。为此将王水直接溶解与王水微波消解进行了对比试验。

结果表明，两法溶金效果并无明显差距。为检验王水直接溶解金的效果，将王水直接溶解后过滤出的沉淀又经王水微波消解仪再溶，溶解液用美国PE900型原子吸收光谱仪检测其中的金。原子吸收光谱仪检测结果为再溶溶液中金量小于0.00005克，完全可以忽略不计。

王水直接溶解法简单易行好掌握，完全可以满足样品溶解分离的需要。为此选用王水直接溶解法消解样品。

### 2.4 还原剂的选择

通常用于还原金多采用以下三种方法；即反应快并且彻底的水合肼法、反应稳

定价格低廉的亚硫酸钠法、较为传统更为便宜的二氧化硫气体法。

称取相同量99.999%高纯金分别采用三法进行回收率实验，其结果见表9。

表9 三种还原剂对金回收率			单位：%
样品编号	水合肼	亚硫酸钠	二氧化硫气体
1#	99.84	99.89	/
2#	99.56	99.88	/
3#	99.86	99.40	/
平均值	99.75	99.72	/
极差	0.30	0.49	/

前两种还原剂均能满足本方法中还原金的要求，工作实践中包括二氧化硫气体法都能达到较高的回收率。特别是水合肼，对不同酸度适应性强，不必单独调酸度，还原性强还原速度快而完全。为此选用水合肼为本法中金的还原剂。

实验中得出，按本法取样量2克即便含金量高达99%，使用含量为80%的水合肼溶液2~3毫升即可还原完全。因还原终点不易观察误差较大，故加入4毫升80%的水合肼溶液则能确保还原彻底并余有相当过量。还原后将其滤液用美国PE900型原子吸收光谱仪检测其中的金，检测结果为滤液中金量小于0.00005克，完全可以忽略不计。

### 2.5 灼烧器皿与温度的选择

水合肼还原生成的金沉淀需灼烧灰化，为此进行了金沉淀灼烧盛放器皿与灼烧温度的选择实验。使用石墨坩埚盛放金沉淀分别进行了一系列灼烧温度实验，最高升至1100℃，金沉淀熔为圆形金珠，可与石墨坩埚脱离，但金珠表面粘有大量石墨粉较难清理，影响称重。使用瓷坩埚盛放金沉淀进行灼烧温度实验，当升温至近1000℃，金与瓷坩埚表面瓷釉粘在一起无法取出称重。实验表明，当炉温恒定在900℃时可较易取出干净的海绵状金称重。

实验结果表明：水合肼还原生成的金沉淀置于瓷坩埚内，放入马弗炉干燥灰化灼烧至900℃，所测得分析结果未发现明显误差。

### 2.6 水合肼还原金中杂质元素检测方法的确定

由于水合肼还原金时为防金还原不完全，从而形成了过量加入水合肼的做法，样品中部分杂质元素（实验中发现多为银铂钯铜锌铁铅）随之一同被还原，并被夹杂在金中参与了称重。为此，需将其测出并从结果中扣除。测定夹杂在金中的杂质



元素较为适用的三种主要检测方法有：电感耦合等离子体发射光谱法（ICP）、火花直读光谱法及原子吸收光谱法（AAS）。

原子吸收光谱法虽准确性好，但因其单元素分析效率低成本高故较少采用。火花直读发射光谱法可多元素分析速度快效率高，但因受被测样品平面面积、测定角度及样品平整度等因素影响而多用于金原料、金砖、金条、摆件及生产过程质量监控等。其杂质元素分析结果准确性评判一般多为对其检测数据参照所用仪器提供的检出限与标准曲线线性范围进行比对评估。如现实工作中常见多用的美国热电公司 ARL4460型火花直读光谱仪，其检测范围见表10。

表 10 ARL4460 元素检测范围 Table.		
元素	检测下限 ( $\mu\text{g/g}$ )	检测上限 ( $\mu\text{g/g}$ )
Ag	1.5	122
Cu	0.24	114.4
Fe	1.2	108.1
Zn	0.14	148.6
Pd	0.04	106.2
Pb	0.1	99.5
Ni	0.1	103.6
Mn	0.05	97.4
Mg	0.05	121.5
Sb	0.2	102.3
Bi	0.05	90
Cd	0.02	101.6
Cr	0.1	96.3
Rh	0.05	100
Sn	0.1	105.6
Se	0.2	108.8
Ti	0.05	91.4
Ca	0.28	3
Co	0.05	96.1
As	0.3	120

由上表可知，主要杂质元素检测范围；Ag为1.5~122 $\mu\text{g/g}$ 、Cu为0.24~115 $\mu\text{g/g}$ ；Zn为0.14~149 $\mu\text{g/g}$ ；Fe为1.2 ~108 $\mu\text{g/g}$ 。而实测样品中银铜含量均超以上检测范围上限，此种情况下实际得到的是偏低的错误结果。也就是说当出现大于检测范围上限的检测数据时，数值越大越偏低即误差越大。应如ARL4460备注所提示，遇此应以ICP分析数据为准，确保结果的准确性。另外，还需将还原金沉淀高温1100℃

以上熔融倒模成型，压饼抛光制样才能用于上机测定。由此可见，火花直读发射光谱法用于本方法存在一定的局限性。

以上所列仪器检测范围与其仪器设置参数、建立标准曲线时所用标准物质等因素相关，其在一定情况下略有变化，但变化范围不会太大。

电感耦合等离子体发射光谱法（ICP）具有多元素同时分析、速度快效率高、检测范围宽等特点，完全适用于本方法。整个项目完成过程中，应用ICP法所测得数据证明了这一点。

### 2.7 还原金中杂质元素检测项目

水合肼还原金中含有的杂质元素取决于两个因素，即金饰品中原有的和能被水合肼还原的。金饰品中原有的杂质元素不一定都能被水合肼还原，能否被水合肼还原则取决于该元素的氧化还原电位，氧化还原电位又与金属元素活性顺序相关。参照金属元素活性顺序推断，金铂银铜铅锡铁锌将依次先后被还原，其它金属元素或因氧化还原电位相差太大或因其浓度太低而不易被还原，完全可以忽略不计。

参照国标GB/T 38145-2019对还原金中的铂钯银铜铅锡铁锌（包括铍钉）等十八种杂质元素进行了测定，发现除了铂钯银铜铅铁锌等七种金属元素外，其他各元素几乎很少能高出检出限，即便检测到极少量，也对结果影响甚微。特别是还原金中未检测出铍钉，说明铍钉可能一是未溶于含金溶液中，二是未被水合肼还原。为此，确定还原金中杂质元素检测以铂钯银铜铅铁锌共七种杂质元素为主。

### 2.8 方法适用范围

为确定本方法的适用范围，采用999.99%高纯金与样品按一定比例混合配制了不同金含量的试样进行回收率试验。详见表11。

表11 不同金含量回收试验		单位（%）
金含量 （%）	杂质量 （%）	回收率 （%）
96.85	3.15	99.82
96.85	3.15	99.35
96.85	3.15	99.36
84.25	15.75	99.52
84.25	15.75	99.21
84.25	15.75	99.36
68.85	31.15	99.82
68.85	31.15	99.35

68.85	31.15	99.36
-------	-------	-------

上述试验表明，金含量分别在96.8%、84.2%及68.85%（或钌铑钨含量分别在3.15%、15.75%及31.15%）三个高中低阶段时，本法均有良好的回收率。据此加以适当延伸，即本方法适用于含钌铑钨金饰品中金含量在60.0%至99.5%范围内的样品分析。

## 2.9 准确度

据查国内外目前暂无含钌铑钨的金饰品标准物质或相近相似定值物质，本法准确度评价以标准加入回收为准。

由表11可得出明确的结论：样品中加入高纯标准金在本实验范围内三个含量段，无论金含量高低（68~97%）还是高低含量杂质（3~32%）其回收率均大于99%。说明本方法适用于较宽含量范围含钌铑钨金饰品中金的测定，且金溶解还原富集完全彻底，校正方法得当，具有较好的方法准确性。

## 2.10 方法精密度

按拟定的方法试验条件进行精密度试验，6份平行样品分析，统计标准偏差和相对标准偏差。从结果可知，此方法的精密度满足测定需求。

表12 方法的精密度实验结果

测定结果 (‰)						平均值 (‰)	标准偏 差	RSD %	不确定度 (‰)
1	2	3	4	5	6				
689.1	689.9	693.7	690.3	691.7	693.2	691.3	0.19	0.27	0.76

## 2.11 方法验证

本方法因专指性强，操作技术要求高，故考虑选取专业从事金分析的特别是具有水合肼还原金工作经验的单位进行本项方法验证。承担本次方法验证的单位全部具有CMA资质，均从事与黄金检测相关业务，其中不乏国家级黄金质检结构。分别为中国冶金地质总局山东局测试中心、烟台鲁东分析测试有限公司、山东招金金银精炼有限公司及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）。方法验证统计结果如表13。

表13 方法验证统计结果

编号	金含量 (‰)	平均值 (‰)	不确定度 (‰)
1#	691.5		
2#	694.3		
3#	695.1		
4#	696.1		
5#	694.1	693.9	0.60
6#	692.4		
7#	691.8		
8#	693.3		
9#	696.3		

## 2.12 结论及方法注意事项

（一）在查明造成样品不均匀性的根本原因的基础上提出了简单易行、切实有效的解决措施，大大提高了方法的取样代表性。

（二）选定了行之有效的金与钽铌钨相互分离的方法与手段。

（三）采用电感耦合等离子体发射光谱法（ICP）测定杂质元素提高了分析结果的准确性。

本标准提供了一个含钽铌钨金饰品中金含量测定的有效可行的方法。

本方法在使用时必须十分注意安全防护，必须在通风良好的条件下进行，保证操作人员的安全。

## 三、标准水平分析

### 1. 采用国际标准和国外先进标准的程度

无

### 2. 国际、国外同类标准水平的对比分析

经调研，目前国内外尚没有测定含钽铌钨金饰品中金含量测定的国家/行业方法标准。本方法为首次制定，填补了国内含钽铌钨金饰品中金含量测定的空白。

建议本标准申报推荐性行业标准。

## 五、预期效果

本标准的推出，填补了省内测定含钨铱钨金饰品中金含量测定的方法标准空白，能够提供满足此类样品金含量测定的分析操作方法及有效的检测指导，对今后某些复杂贵金属检测起到积极而重要的作用。

国家黄金钻石制品质量监督检验中心  
《含钨铱钨金饰品 金含量的测定》标准编制组