

ICS 97.195
分类号: Y88
备案号: 14296-2004

QB

中华人民共和国轻工行业标准

QB/T 2631.2—2004

金饰工艺画 金层含金量与厚度测定 ICP 光谱法 第2部分: 金箔画

Gold craft picture — Fineness and thickness of gold coating —
ICP solution spectrometric method — Part 2: Picture on gold foil

2004-08-15 发布

2005-01-01 实施

中华人民共和国国家发展和改革委员会 发布

前 言

QB/T 2631《金饰工艺画 金层含金量与厚度测定 ICP光谱法》分为两个部分：

——第1部分：金膜画；

——第2部分：金箔画。

本部分为QB/T 2631的第2部分。

本部分由中国轻工业联合会提出。

本部分由全国首饰标准化技术委员会(SAC/TC 256)归口。

本部分起草单位：国家金银制品质量监督检验中心(南京)。

本部分主要起草人：王东辉、杨 佩、刘雪鸿、伏荣进、张 慧、杨 肃。

本部分首次发布。

金饰工艺画 金层含金量与厚度测定 ICP 光谱法 第 2 部分：金箔画

1 范围

本部分规定了金箔画金层含金量与厚度的测定方法。

本部分适用于 QB/T 2630.2《金饰工艺画 第 2 部分：金箔画金层》所规定的金层含金量与厚度的测定。其他贴金胶片工艺品测定可参照执行。

2 规范性引用文件

下列文件中的条款通过本部分的引用而成为本部分的条款。凡是注明日期的引用文件，其随后所有的修改单（不包括勘误的内容）或修订版均不适用于本部分，然而，鼓励根据本部分达成协议的各方研究是否可使用这些文件的最新版本。凡是不注日期的引用文件，其最新版本适用于本部分。

QB/T 2630.2 金饰工艺画 第 2 部分：金箔画金层

3 方法原理

试样经灼烧灰化，溶于水溶解灰分中金，过滤制成试液。试液经稀释，在 ICP 光谱仪上测定金、银、铜含量，计算试样金层含金量和金的质量；根据金的质量、金层面积，计算金层厚度。

4 试剂材料

除非另有说明，在分析中仅使用确认为分析纯的试剂和蒸馏水或去离子水或相当纯度的水。

- 4.1 纯金，纯度不低于 99.99%。
- 4.2 纯银，纯度不低于 99.99%。
- 4.3 纯铜，纯度不低于 99.99%。
- 4.4 盐酸，质量分数为 36%~38%， $\rho=1.18\text{g/mL}$ 。
- 4.5 硝酸，质量分数为 65%~68%， $\rho=1.4\text{g/mL}$ 。
- 4.6 盐酸，1+1。
- 4.7 硝酸，1+1。
- 4.8 盐酸，1+9。
- 4.9 金标准储备液，1000 $\mu\text{g/mL}$

称取纯金(4.1)0.5g，精确到 0.1mg，置于 50mL 烧杯中，加入盐酸(4.6)15mL 和硝酸(4.7)5mL。小火加热溶解。冷却后，移入 500mL 容量瓶中，用盐酸(4.8)稀释至刻度，摇匀。

- 4.10 银标准储备液，100 $\mu\text{g/mL}$

称取纯银(4.2)0.1g，精确到 0.1mg，置于 50mL 烧杯中，加入硝酸(4.7)10mL，加热溶解后，移入预先盛有盐酸(4.4)200mL 的 1000mL 容量瓶中，用少量水洗涤烧杯，洗液并入容量瓶，摇晃容量瓶至沉淀溶解，冷却后，用盐酸(4.6)稀释至刻度，摇匀。

- 4.11 铜标准储备液，100 $\mu\text{g/mL}$

称取纯铜(4.3)0.1g，精确到 0.1mg，置于 50mL 烧杯中，加入硝酸(4.7)10mL，加热溶解，冷却后，移入 1000mL 容量瓶，用盐酸(4.8)稀释至刻度，摇匀。

5 设备

常用实验室设备和

5.1 电感耦合等离子体发射光谱仪(简称 ICP 光谱仪):分辨率 0.02 nm, 波长范围 165 nm~900 nm, 精密密度 2%。

5.2 分析天平, 感量 0.1 mg, 精度等级为三级。

6 分析步骤

6.1 试料

截取画芯总面积 $500\text{ cm}^2\sim 600\text{ cm}^2$, 准确测量尺寸, 精确到 1 mm, 用于计算画芯总面积。用四分法等分截取, 对角部分组成二份试料, 进行平行测试。

6.2 试液制备

6.2.1 试液 A 制备

撕去画芯的画面部分, 将贴金层剪成碎片, 置于 100 mL 瓷坩埚中, 盖上瓷盖, 在 500℃ 高温炉中碳化约 30 min (若画面部分沾有贴金, 可连同画面一同剪碎灼烧), 稍稍打开瓷盖, 炉温升至 750℃ 使其灰化(约 1.5 h), 取出冷却。将灰分扫进 50 mL 烧杯中, 加入盐酸(4.6) 15 mL 和硝酸(4.7) 5 mL, 盖上市皿, 小火煮沸 2 min, 用少量(以不穿滤为准)处理过的玻璃棉过滤(见注 1), 滤液收集于预先盛有盐酸(4.6) 2 mL 的 100 mL 容量瓶中, 用盐酸(4.8) 洗涤不溶物 5~6 次, 洗涤液并入容量瓶, 再用盐酸(4.8) 稀释至容量瓶刻度, 摇匀。

注 1: 玻璃棉先用王水[3 份盐酸(4.4)加 1 份硝酸(4.5)]浸泡 2 h, 再用盐酸(4.8)洗净备用。

6.2.2 试液 B 制备

准确移取试液 A 5 mL 于预先装有盐酸(4.6) 1 mL 的 50 mL 容量瓶中, 用盐酸(4.8) 稀释至刻度, 摇匀。此溶液用于金、银、铜的测试。

注 2: 若金层的厚度低于 $0.1\ \mu\text{m}$ 或超过 $0.17\ \mu\text{m}$, 可适当降低或提高试液 A 稀释的倍数, 使试液 B 的金浓度控制在 $47\ \mu\text{g/mL}\sim 100\ \mu\text{g/mL}$ 的范围。

6.3 标准溶液的制备

按表 1 定量移取金、银、铜标准储备液(4.9~4.11)于预先盛有盐酸(4.6) 1 mL 的 50 mL 容量瓶中, 用盐酸(4.8) 稀释至刻度, 摇匀。

表 1 标准溶液测试元素的浓度

含量测量范围 (%)	测试元素浓度 ($\mu\text{g/mL}$)		
	Au	Ag	Cu
>99	100	2	2
97~99	100	4	4

6.4 推荐测试分析线

推荐测试分析线见表 2。

表 2 推荐测试分析线

测试元素	Au	Ag	Cu
分析线 (nm)	197.819	328.068	324.754

6.5 测定

将试液 B (6.2.2) 与标准溶液 (6.3) 分别在 ICP 光谱仪上进行测试。

7 结果的表示

7.1 金层含金量

金层含金量的百分数 Au (%) 按公式 (1) 计算。

$$Au(\%) = \frac{c_1}{c_1 + c_2 + c_3} \times 100 \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中:

c_1 —— 试液 B 中金的浓度, 单位为微克每毫升, $\mu\text{g/mL}$;

c_2 —— 试液 B 中银的浓度, 单位为微克每毫升, $\mu\text{g/mL}$;

c_3 —— 试液 B 中铜的浓度, 单位为微克每毫升, $\mu\text{g/mL}$ 。

计算结果表示到小数点后一位。

7.2 金层平均厚度

金层平均厚度 h (μm) 按公式 (2) 计算:

$$h = \frac{(c_1 \times V_1 \times V_3 / V_2) \times 10^{-6}}{d \times S} \times 10^4 \quad \dots\dots\dots (2)$$

式中:

c_1 —— 试液 B 中金的浓度, 单位为微克每毫升, $\mu\text{g/mL}$;

V_1 —— 试液 A 的体积, 单位为毫升, mL;

V_2 —— 试液 B 中装有试液 A 的体积, 单位为毫升, mL;

V_3 —— 试液 B 的体积, 单位为毫升, mL;

S —— 试料面积, 单位为平方厘米, cm^2 ;

d —— 金的密度, 19.3 g/cm^3 。

计算结果表示到小数点后两位。

8 重现性

平行测试结果的算术平均值为测定结果。

8.1 金层含金量的重现性

金层含金量平行测试结果的绝对差值不大于表 3 的规定。

表 3 金层含金量测试的重现性

含金量测量范围 (%)	重现性 (%)
≥ 99.0	0.1
97.0~99.0 (不含 99.0)	0.3

8.2 金层平均厚度的重现性

金层平均厚度平行测试结果的绝对差值不大于 $0.02 \mu\text{m}$ 。