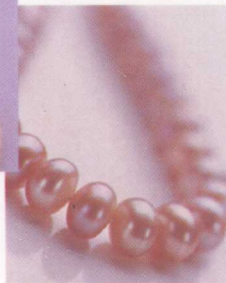




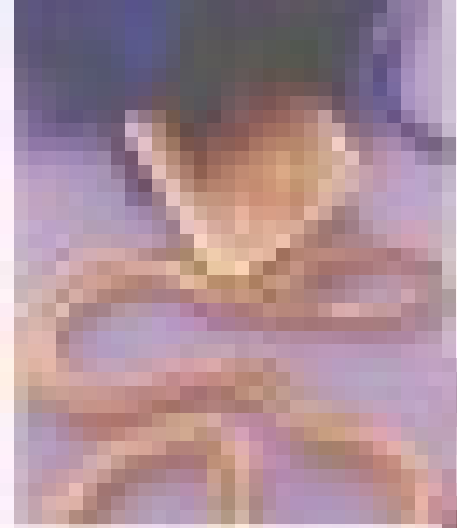
○主编 陈爱莲○



# 金银珠宝贵重金属

提取冶炼加工分析技术标准与  
质量检测鉴定验收规范  
实用手册

金版电子出版公司



中国书画函授大学肇庆分校



# 金銀珠寶貴重金屬

珠寶鑲嵌加工修飾技術與  
鑲嵌工藝鑲嵌技術鑲嵌  
實用手冊



# 金银珠宝贵金属提取冶炼加工分析技术标准与 质量检测鉴定验收规范实用手册

主编 陈爱莲

第三卷

金版电子出版公司

# 银 化 学 分 析 方 法

## 火焰原子吸收光谱法测定铜和金量

GB 11067.2—89

### 1 主题内容与适用范围

本标准规定了银中铜和金含量的测定方法。

本标准适用于银中铜和金含量的顺续测定，也适用于其中一个元素的单独测定。测定范围见表 1。

表 1

元 素	测定范围
Cu	0.0005 ~ 0.040
Au	0.00050 ~ 0.0120

### 2 引用标准

GB 1.4 标准化工作导则 化学分析方法标准编写规定

GB 1467 冶金产品化学分析方法标准的总则及一般规定

GB 7728 冶金产品化学分析 火焰原子吸收光谱法通则

### 3 方法原理

试样用硝酸分解，过滤分离金，用王水溶解，制成盐酸介质待测溶液。溶液加盐酸使氯化银沉淀，过滤分离后，加硫酸蒸干，转化成盐酸介质待测溶液。使用空气-乙炔火焰，于原子吸收光谱仪上，按表 2 所列波长测量铜和金的吸光度。

表 2

元 素	波 长, nm
Cu	324.8
Au	242.8

## 4 试剂

4.1 硝酸 ( $\rho 1.42\text{g/mL}$ )。

4.2 硝酸 (1+1)。

4.3 硝酸 (2+98)。

4.4 盐酸 ( $\rho 1.19\text{g/mL}$ )。

4.5 盐酸 (1+1)。

4.6 盐酸 (1+2)。

4.7 盐酸 (2+98)。

4.8 硫酸 (1+1)。

4.9 王水 (盐酸:硝酸 = 3:1)。

4.10 铜标准贮存溶液: 称取 1.0000g 纯金属铜, 置于 100mL 烧杯中, 加入 20mL 硝酸 (4.2), 盖上表皿, 加热至完全溶解, 煮沸驱除氮的氧化物, 取下, 用水洗表皿及杯壁, 冷至室温, 移入 1000mL 容量瓶中, 用水稀释至刻度, 混匀。此溶液 1mL 含 1mg 铜。

4.11 铜标准溶液: 移取 25.00mL 铜标准贮存溶液 (4.0), 置于 1000mL 容量瓶中, 加入 20mL 硝酸 (4.2), 用水稀释至刻度, 混匀。此溶液 1mL 含 25 $\mu\text{g}$  铜。

4.12 金标准溶液: 称取纯金 0.1000g, 置于 100mL 烧杯中, 加入 20mL 王水 (4.9), 盖上表皿, 加热溶解, 取下用水洗表皿及杯壁, 冷却。移入 1000mL 容量瓶中, 用水稀释至刻度, 混匀。此溶液 1mL 含 100 $\mu\text{g}$  金。

## 5 仪器

原子吸收光谱仪, 附铜、金空心阴极灯。

在仪器最佳工作条件下, 凡能达到下列指标者均可使用。

灵敏度: 在与测量试液基本相一致的溶液中, 铜、金的特征浓度分别不大于 0.023 $\mu\text{g/mL}$  和 0.082 $\mu\text{g/mL}$ 。

精密度: 最高浓度的标准溶液测量 10 次吸光度, 其标准偏差应不超过平均吸光度的 1.0%; 用最低浓度的标准溶液 (不是“零”标准溶液) 测量 10 次吸光度, 其标准偏差应不超过最高浓度标准溶液的平均吸光度的 0.5%。

工作曲线线性: 将工作曲线按浓度等分成五段, 最高段的吸光度差值与最低段的吸光度差值之比应不小于 0.7。

仪器工作条件见附录 A (参考件)。

## 6 分析步骤

### 6.1 试料

按表 3 称取试料, 精确到 0.001g。

表 3

元素	含量 %	试料 g	硝酸 (4.2) mL	盐酸 (4.5) mL	容量瓶体积 mL
Cu	0.0005 ~ 0.002	5.000	20	10	50
Au	0.0005 ~ 0.002	5.000	20	10	25
Cu	> 0.002 ~	3.000	20	5	100
Au	0.003	3.000	20	5	25
Cu	> 0.008 ~	1.000	10	3	100
Au	0.012	1.000	10	3	25
Cu	> 0.02 ~ 0.04	1.000	10	3	200

### 6.2 空白试验

随同试料做空白试验。

### 6.3 测定

6.3.1 将试料 (6.1) 置于 250mL 烧杯中, 按表 3 加硝酸 (4.2), 盖上表皿, 加热溶解, 取下, 用水洗表皿及杯壁加热煮沸。

6.3.2 以定量滤纸及 0.04 ~ 0.06g 纸浆过滤, 用热硝酸 (4.3) 洗涤烧杯及沉淀 6 ~ 7 次 (滤液连同洗液保存用于测定铜)。

6.3.3 将沉淀放入 30mL 坩埚中, 在电热板上烘干, 放于高温炉中, 在 600℃ 灼烧 15 min, 取下放冷。

6.3.4 加入 2mL 硝酸 (4.1), 在热水浴上加热 2min, 加入 6mL 盐酸 (4.4), 置水浴上溶解金。至体积约为 0.5mL 时 (高含量剩 1.5mL), 取下放冷。

6.3.5 按表 3 移入相应的容量瓶中, 并用水稀释至刻度, 混匀。

6.3.6 使用空气—乙炔火焰, 于原子吸收光谱仪波长 242.8nm 处, 以水调零与金标准溶液系列平行测量试液的吸光度, 减去随同试料空白溶液的吸光度, 从工作曲线上查出相应的金浓度。

6.3.7 将 6.3.2 所得滤液 (体积约 70mL) 置于电热板上加热, 在不断搅拌下, 按表 3 加入盐酸 (4.5), 煮沸至透明, 静置 30min。

6.3.8 用定量滤纸过滤, 用热盐酸 (4.7) 洗涤杯壁及沉淀 6 ~ 7 次, 滤液

连同洗液加入 2mL 硫酸 (4.8), 加热蒸干, 取下。加入 5mL 盐酸 (4.6), 蒸至近干。再加入 5mL 盐酸 (4.6) 加热至微沸。取下放冷。

**6.3.9** 按表 3 用水移入相应的容量瓶中, 每 100mL 体积补加 5mL 盐酸 (4.5), 混匀。

**6.3.10** 使用空气—乙炔火焰, 于原子吸收光谱仪波长 324.8nm 处, 以水调零, 与铜标准溶液系列平行测量试液的吸光度, 减去随同试料空白溶液的吸光度, 从工作曲线上查出相应的铜浓度。

#### 6.4 工作曲线的绘制

##### 6.4.1 金工作曲线的绘制

**6.4.1.1** 移取 0, 1.00, 2.00, 4.00, 6.00, 8.00, 10.00mL 金标准溶液 (4.12), 分别置于 100mL 容量瓶中, 加入 5mL 王水 (4.9), 用水稀释至刻度, 混匀。

**6.4.1.2** 在与测定试料相同的条件下, 以水调零, 测量标准溶液系列的吸光度, 减去零浓度的吸光度。

**6.4.1.3** 以金元素浓度为横坐标, 吸光度为纵坐标绘制工作曲线。

##### 6.4.2 铜工作曲线的绘制

**6.4.2.1** 移取 0, 1.00, 2.00, 4.00, 6.00, 8.00, 10.00mL 铜标准溶液 (4.11), 分别置于 100mL 容量瓶中, 加入 5mL 盐酸 (4.4), 用水稀释至刻度, 混匀。

**6.4.2.2** 按 6.4.1.2 进行

**6.4.2.3** 以铜元素浓度为横坐标, 吸光度为纵坐标绘制工作曲线。

## 7 分析结果的计算与表述

被测元素的百分含量 (%) 按下式计算:

$$X = \frac{C \cdot V \times 10^{-6}}{m} \times 100$$

式中: X——被测元素 (Cu、Au) 百分含量, %;

C——自工作曲线上查得的被测元素的浓度,  $\mu\text{g/mL}$ ;

V——试液的总体积, mL;

m——试料的质量, g。

## 8 允许差

实验室之间的分析结果差值应不大于表 4 所列允许差。

表 4

元 素	含 量	允 许 差
Cu	0.000 5~0.002 0	0.000 4
	>0.002 0~0.004 0	0.000 6
	>0.004 0~0.006 0	0.000 9
	>0.006 0~0.010 0	0.001 3
	>0.010 0~0.020 0	0.002 2
	>0.020 0~0.040	0.004
Au	0.000 50~0.001 00	0.000 25
	>0.001 0~0.002 0	0.000 4
	>0.002 0~0.003 0	0.000 6
	>0.003 0~0.005 0	0.000 9
	>0.005 0~0.012 0	0.001 5



## 附录 A 仪器工作条件

(参考件)

WYX—402 型原子吸收光谱仪参考工作条件如表 A1。

表 A1

元素	波长 nm	灯电流 mA	观测高度 mm	单色器通带 nm	空气流量 L/min	乙炔流量 L/min
Cu	324.8	1	5	0.2	5	1.0
Au	242.8	2	5	0.2	5	1.2

# 银 化 学 分 析 方 法

## 火焰原子吸收光谱法测定铁、铅和铋量

GB 11067.3—89

### 1 主题内容与适用范围

本标准规定了银中铁、铅和铋含量的测定方法。

本标准适用于银中铁、铅和铋含量的顺续测定。测定范围见表 1。

表 1

元 素	Fe、Bi	Pb
含 量	0.000 5~0.008	0.000 5~0.006

%

### 2 引用标准

GB 1.4 标准化工作导则 化学分析方法标准编写规定

GB 1467 冶金产品化学分析方法标准的总则及一般规定

GB 7728 冶金产品化学分析 火焰原子吸收光谱法通则

### 3 方法原理

试样用硝酸分解，在氨性溶液中，以氢氧化镧富集铁、铅和铋的氢氧化物与银分离。在硝酸介质中，使用空气-乙炔火焰，于原子吸收光谱仪按表 2 所列波长处，分别测量铁、铅和铋的吸光度。

表 2

元 素	Fe	Pb	Bi
波 长	271.9	283.3	223.1

nm

### 4 试剂

4.1 氨水 ( $\rho$ 0.90g/mL)。

4.2 氨水 (2+98)。

4.3 硝酸 (1+1)。

4.4 硝酸 (1+4)。

#### 4.5 硝酸镧溶液 (2.5%)。

4.6 混合标准溶液：分别称取 0.200 0g 纯金属铅、0.200 0g 纯金属铋和 0.150 0g 纯金属铁。置于 250mL 烧杯中，加入 20mL 硝酸 (4.3)，盖上表皿，加热溶解后取下，冷后移入 500mL 容量瓶中，以水稀释至刻度，混匀。此溶液 1mL 含 400 $\mu$ g 铅、400 $\mu$ g 铋和 300 $\mu$ g 铁。

## 5 仪器

原子吸收光谱仪，附铁、铅和铋空心阴极灯。

在仪器最佳工作条件下，凡能达到下列指标者均可使用。

灵敏度：在与测量试液基本相一致的溶液中，铁、铅和铋的特征浓度分别不大于 0.165  $\mu$ g/mL、0.217 $\mu$ g/mL 和 0.191 $\mu$ g/mL。

精密性：用最高浓度的标准溶液测量 10 次吸光度，其标准偏差应不超过平均吸光度的 1.0%；用最低浓度的标准溶液（不是“零”标准溶液）测量 10 次吸光度，其标准偏差应不超过最高浓度标准溶液平均吸光度的 0.50%。

工作曲线线性：将工作曲线按浓度等分成五段，最高段的吸光度差值与最低段的吸光度差值之比应不小于 0.7。

仪器工作条件见附录 A（参考件）。

## 6 分析步骤

### 6.1 试料

按表 3 称取试料，精确到 0.001g。

表 3

含量, %	试料, g	硝酸量, mL
0.000 5 ~ 0.001 5	20.000	40
> 0.001 5 ~ 0.003 5	10.000	20
> 0.003 5 ~ 0.008	4.000	10

### 6.2 空白试验

随同试料做空白试验。

### 6.3 测定

6.3.1 将试料 (6.1) 置于 250mL 烧杯中，按表 3 加入硝酸 (4.3)，盖上表皿，低温加热使其溶解并蒸发至试液表面出现结晶时取下。

6.3.2 洗涤表皿及杯壁，调整试液体积为约 50mL，加入 5mL 硝酸镧溶

液(4.5),用氨水(4.1)中和至试液出现白色沉淀时再过量5mL,混匀。静置5min。

6.3.3 用规格为 $\phi 9$ cm的中速定量滤纸过滤,用氨水(4.2)将沉淀移入漏斗中,并分别洗涤烧杯及滤纸各三次。

6.3.4 用5mL热硝酸(4.4),分两次将沉淀溶解于原烧杯中,用热水洗涤3~4次。将试液移入25mL容量瓶中,以水稀释至刻度,混匀。

6.3.5 使用空气—乙炔火焰,于原子吸收光谱仪按表2波长处,以水调零与标准溶液系列平行,分别测量铁、铅和铋的吸光度。

6.3.6 减去随同试料空白溶液的吸光度。从工作曲线上分别查出相应的铁、铅和铋浓度。

#### 6.4 工作曲线的绘制

移取0, 1.00, 2.00, 3.00, 4.00, 5.00mL混合标准溶液(4.6),分别置于100mL容量瓶中,各加8mL硝酸(4.3),以水稀释至刻度,混匀。以下按6.3.5测量吸光度。减去零浓度溶液的吸光度。分别以铁、铅和铋浓度为横坐标,吸光度为纵坐标,绘制工作曲线。

## 7 分析结果的计算与表述

铁、铅和铋的百分含量(%)按下式计算:

$$X = \frac{c \cdot V \times 10^{-6}}{m_0} \times 100$$

式中: X——被测元素(Fe、Pb、Bi)百分含量, %;

C——自工作曲线上查得的被测元素浓度,  $\mu\text{g}/\text{mL}$ ;

V——试液总体积, ml;

$m_0$ ——试料的质量, g。

## 8 允许差

实验室之间分析结果的差值应不大于表4所列允许差。

表4

%

含 量	允 许 差
0.000 5~0.001 5	0.0003
>0.001 5~0.002 5	0.0004
>0.002 5~0.003 5	0.0005
>0.003 5~0.006 0	0.0008
>0.006~0.008	0.001

## 附录 A 仪器工作条件

(参考件)

使用 WFD—Yz 型原子吸收光谱仪测量铁、铅和铋的参考工作条件如表 A1。

表 A1

元素	波长 nm	灯电流 mA	单色器通带 nm	观测高度 mm	空气流量 L/min	乙炔流量 L/min
Fe	271.9	7	0.2	9	7	1.5
Pb	283.3	7	0.2	9	7	1.5
Bi	223.1	10	0.2	9	7	1.5

浓度范围	检出限
0.0010~0.0100	< 0.0005
0.0100~0.1000	< 0.0010
0.1000~1.0000	< 0.0020
1.0000~10.0000	< 0.0050
10.0000~100.0000	< 0.0100

## 银 化 学 分 析 方 法

2 - (5 - 溴 - 2 - 吡啶偶氮) - 5 - 二乙氨基苯酚  
分光光度法测定铈量

GB 11067.4—89

## 1 主题内容与适用范围

本标准规定了银中铈含量的测定方法。

本标准适用于银中铈含量的测定。测定范围：0.000 5% ~ 0.005 0%。

## 2 引用标准

- |         |                      |
|---------|----------------------|
| GB 1.4  | 标准化工作导则 化学分析方法标准编写规定 |
| GB 1467 | 冶金产品化学分析方法标准的总则及一般规定 |
| GB 7729 | 冶金产品化学分析 分光光度法通则     |

## 3 方法原理

试样用硫酸分解，氯化银沉淀分离银，在含聚乙二醇辛基苯基醚（OP）水相中，2 - (5 - 溴 - 2 - 吡啶偶氮) - 5 - 二乙氨基苯酚与铈和碘离子形成三元络合物，于分光光度计波长 618nm 处测量其吸光度。

## 4 试剂

- 4.1 硫酸 ( $\rho$ 1.84g/mL)。
- 4.2 硫酸 ( $c$  ( $H_2SO_4$ ) = 0.5mol/L)。
- 4.3 硫酸 (1+9)。
- 4.4 硝酸 ( $\rho$ 1.42g/mL)。
- 4.5 盐酸 (1+4)。
- 4.6 盐酸 (2+98)。
- 4.7 2 - (5 - 溴 - 2 - 吡啶偶氮) - 5 - 二乙氨基苯酚溶液 (0.02%)：用乙醇配制。
- 4.8 OP 溶液 (5% V/V)。
- 4.9 碘化钾溶液 (25%)。
- 4.10 酒石酸溶液 (0.2%)。
- 4.11 硫脲溶液 (10%)。
- 4.12 铈标准贮存溶液：称取 0.100 0g 纯金属铈 (99.95%)，置于

100mL 烧杯中, 加入 5mL 硫酸 (4.1), 加热溶解, 取下冷却, 移入 1000mL 容量瓶中, 用硫酸 (4.3) 稀释至刻度, 混匀。此溶液 1mL 含 100 $\mu$ g 铈。

4.15 铈标准溶液: 移取 8.00mL 铈标准贮存溶液 (4.12) 于 200mL 容量瓶中, 用硫酸 (4.3) 稀释至刻度, 混匀。此溶液 1mL 含 4 $\mu$ g 铈。

## 5 仪器

分光光度计。

## 6 分析步骤

### 6.1 试料

按表 1 称取试料, 精确至 0.001g。

表 1

铈含量 %	试料 g	试液总体积 mL	分取试液体积 mL
0.0003~0.0010	2.000	—	全量
>0.0010~0.0020	1.000	—	全量
>0.0020~0.0030	0.500	—	全量
>0.0030~0.0050	0.500	100	40

### 6.2 空白试验

随同试料做空白试验。

### 6.3 测定

6.3.1 将试料 (6.1) 置于 100mL 烧杯中, 加入 3mL 硫酸 (4.1) 盖上表皿, 加热溶解完全, 取下冷却。

6.3.2 用水洗表皿及杯壁使体积约为 20mL, 加入 10mL 盐酸 (4.5), 搅拌, 加热煮沸使沉淀凝聚, 取下静置 20min。

6.3.3 用慢速定量滤纸过滤于 150mL 烧杯中。

注: 含量大于 0.003% 时过滤于 100mL 容量瓶中, 分取 40mL 于 100mL 烧杯中, 加入 2mL 硫酸 (4.1)。

6.3.4 用盐酸 (4.6) 洗杯壁及沉淀 6~7 次, 滤液加入 2mL 硝酸 (4.4), 加热蒸发至干, 取下冷却。

6.3.5 加入 2mL 硫酸 (4.2)、0.5mL 酒石酸溶液 (4.10), 用水洗杯壁, 加热蒸发至 2mL, 取下冷却。

6.3.6 移入 25mL 容量瓶中, 加入 2mL 硫脲溶液 (4.11)、5mL 碘化钾溶液 (4.9)、5mL 2-(5-溴-2-吡啶偶氮)-5-二氨基苯酚溶液 (4.7)、4mL O.P. 溶液 (4.8), 每加一种试剂均需混匀。用水稀释至刻度, 混匀。放置

15min。

6.3.7 将部分溶液移入2cm比色皿中，以水为参比，于分光光度计波长618nm处测量吸光度。

6.3.8 减去随同试料的空白溶液吸光度，从工作曲线上查出相应的锡量。

#### 6.4 工作曲线的绘制

6.4.1 移取0, 1.00, 2.00, 3.00, 4.00, 5.00mL锡标准溶液(4.13)，分别置于100mL烧杯中，加入1mL硫酸(4.1)，2mL硝酸(4.4)，5mL盐酸(4.5)，加热蒸发至干，取下放冷。以下按6.3.5~6.3.7进行。

6.4.2 减去试剂空白的吸光度，以锡量为横坐标，吸光度为纵坐标，绘制工作曲线。

### 7 分析结果的计算与表述

锡的百分含量(%)按下式计算：

$$Sb(\%) = \frac{m_1 \cdot V_0 \times 10^{-6}}{m_0 \cdot V_1} \times 100$$

式中： $m_1$ ——自工作曲线上查得的锡量， $\mu\text{g}$ ；

$V_0$ ——试液的总体积，mL；

$V_1$ ——分取试液的体积，mL；

$m_0$ ——试料的质量，g。

### 8 允许差

实验室之间分析结果的差值应不大于表2所列允许差。

表2

%

锡含量	允许差
0.0005 ~ 0.0015	0.0003
> 0.0015 ~ 0.0025	0.0005
> 0.0025 ~ 0.0035	0.0006
> 0.0035 ~ 0.0050	0.0008



# 银 化 学 分 析 方 法

## 发射光谱法测定铜、铋、铁、铅、金和锑量

GB11067.7—89

### 1 主题内容与适用范围

本标准规定了银中铜、铋、铁、铅、金和锑含量的测定方法。

本标准适用于银(99.95%~99.99%)中铜、铋、铁、铅、金和锑含量的同时测定。测定范围见表1。

表 1

元 素	测定范围, %
Cu	0.000 3~0.0100
Bi	0.000 3~0.0090
Fe	0.000 3~0.0050
Pb	0.000 3~0.0060
Au	0.000 7~0.0120
Sb	0.000 5~0.0080

### 2 引用标准

GB 1.4 标准化工作导则 化学分析方法标准编写规定

GB 1467 冶金产品化学分析方法标准的总则及一般规定

### 3 方法原理

试样用交流电弧激发,经摄谱仪分光后在感光板上记录光谱。测量分析线和内标线的黑度(或强度),从绘制的标准试样工作曲线上查出相对应的分析元素的百分含量。

### 4 试剂和材料

4.1 乙醇。

4.2 显影液和定影液:按感光板说明书配制。

4.5 感光板:紫外Ⅱ型。

4.4 锉刀:粗纹铁平锉,细纹镀铬平锉。