

ICS 39.060  
分类号: Y 88  
备案号: 57124-2017



# 中华人民共和国轻工行业标准

QB/T 1133—2017

代替 QB/T 1133—1991

## 首饰 金覆盖层厚度的测定 光谱法

Jewellery—Determination of gold coatings—Method of spectrometry

2017-01-09 发布

2017-07-01 实施

中华人民共和国工业和信息化部 发布

## 前 言

本标准按照GB/T 1.1—2009给出的规则起草。

本标准代替QB/T 1133—1991《首饰金覆盖层厚度的测定方法 化学法》。

本标准与QB/T 1133—1991相比，除编辑性修改外主要技术差异如下：

——修改了标准名称；

——修改了测定方法。

本标准由中国轻工业联合会提出。

本标准由全国首饰标准化技术委员会（SAC/TC 256）归口。

本标准起草单位：国家首饰质量监督检验中心、北京市食品安全监控中心、北京市首饰质量监督检验站。

本标准主要起草人：李武军、李素青、李玉鹂、路勇、何涛、孙梦寅。

本标准所代替标准的历次版本发布情况为：

——QB/T 1133—1991。

# 首饰 金覆盖层厚度的测定 光谱法

## 1 范围

本标准规定了采用电感耦合等离子体发射光谱仪或原子吸收光谱仪测定首饰金覆盖层厚度的方法。本标准适用于基体为铜和锌的金覆盖层首饰的金覆盖层厚度的测定。

## 2 规范性引用文件

下列文件对于本文件的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件，仅注日期的版本适用于本文件。凡是不注日期的引用文件，其最新版本（包括所有的修改单）适用于本文件。

QB/T 1135 首饰 金、银覆盖层厚度的测定 X射线荧光光谱法

## 3 方法原理

本标准采用混酸淋洗，将试样金覆盖层溶解后，取出试样，用甲基异丁基酮将金从试液中萃取出来，加入硫脲，将金反萃取，稀释定容。用光谱仪测定试液中金的浓度，计算金的质量，再根据首饰试样的面积求出金覆盖层的平均厚度。

## 4 试剂

除非另有说明，分析中仅使用确认为分析纯的试剂和蒸馏水或去离子水（电导率不大于 1  $\mu\text{S}/\text{cm}$ ）或相当纯度的水。

4.1 盐酸：质量分数 36%~38%。

4.2 硝酸：质量分数 65%~68%。

4.3 硫脲：质量分数 2%。

4.4 混酸：体积比为 1:3 的硝酸（4.2）和盐酸（4.1）混合。

4.5 盐酸：1+9。

4.6 乙酸乙酯。

4.7 金标准储存溶液：1 000  $\text{mg}/\text{mL}$ 。

4.8 金校正溶液：准确吸取 10.0  $\text{mL}$  金标准储存溶液（4.7），置于 100  $\text{mL}$  容量瓶中，用水稀释至刻度，该溶液每毫升含 100.0  $\mu\text{g}$  金。

4.9 甲基异丁基酮。

## 5 仪器

5.1 分析天平，感量为 0.1  $\text{mg}$ 。

5.2 分析光谱仪，宜使用电感耦合等离子体发射光谱仪或原子吸收光谱仪：

a) 电感耦合等离子体发射光谱仪

具有固定或扫描通道、相关元素的光学分辨率为 0.02  $\text{nm}$ ，检测限不低于 0.05  $\text{mg}/\text{L}$ ，具有背景校正功能。

检测器为光电倍增管或半导体芯片（CID，CCD）的仪器可用来分析。

b) 原子吸收光谱仪，附金空心阴极灯

在仪器最佳工作条件下，凡能达到下列指标者均可使用：

- 1) 精密度：用最高浓度的标准溶液测量10次吸光度，其标准偏差不超过平均吸光度的1.0%；用最低浓度的标准溶液（不是“零”浓度标准溶液）测量10次吸光度，其标准偏差不超过最高浓度标准溶液平均吸光度的0.5%；
- 2) 工作曲线线性：将工作曲线按浓度等分成5段，最高段的吸光度差值与最低段的吸光度差值之比，不小于0.8。

5.3 千分尺、量规等。

5.4 X射线荧光光谱测厚仪。

## 6 分析步骤

### 6.1 测定数量

只要可能，至少用两个相同的样品进行平行测定。

### 6.2 面积的测定

用脱脂棉蘸无水乙醇清除试样表面的油污，用千分尺或者量规测定首饰试样面积，精确到0.1 cm<sup>2</sup>。

### 6.3 预先测试

采用QB/T 1135的方法初步确定金覆盖层的厚度，估算样品定容体积。

### 6.4 电感耦合等离子体发射光谱仪测试

#### 6.4.1 样品溶液制备

在通风橱中，用20 mL~25 mL混酸（4.4）对试样进行反复淋洗，使试样的金覆盖层完全溶解。取出试样，用去离子水冲洗干净，合并洗液和淋洗混酸溶液，加入10 mL盐酸（4.1），加热蒸至近干，取下冷却。待冷却后，再加入10 mL盐酸（4.1），加热至烧杯中残渣完全溶解，取下冷却，将溶液转入50 mL容量瓶中，用盐酸（4.5）稀释至刻度。用移液管移取1 mL~10 mL溶液至分液漏斗中。并向分液漏斗中加入10 mL甲基异丁基酮（4.9）[或乙酸乙酯（4.6）]，剧烈振摇1 min，静置分层后，弃去水相。

合并洗涤液，加热蒸至溶液约10 mL，取下冷却，稀释定容至合适的体积。同时作试剂空白。

#### 6.4.2 工作曲线

移取金校正溶液（4.8）0 mL、1.00 mL、5.00 mL、10.00 mL，分别置于一组50 mL容量瓶中，用盐酸（4.5）稀释至刻度，混匀。用电感耦合等离子体发射光谱仪[5.2 a)]测定测试溶液中金的发射谱线强度，以金浓度为横坐标，发射谱线强度为纵坐标绘制工作曲线。

#### 6.4.3 样品溶液测定

在与校正溶液测定相同条件下，测量试样溶液的发射谱线强度，从工作曲线上查出相应的金浓度。

### 6.5 原子吸收光谱仪测试

#### 6.5.1 样品溶液制备

按6.4.1第一段方法进行样品溶液准备，弃去水相，向有机相中加入5 mL硫脲（4.3），剧烈振摇1 min，静置分层。移出水相，转移至烧杯中，稀释定容至合适的体积。同时作试剂空白。

#### 6.5.2 工作曲线

吸取金校正溶液（4.8）0 mL、0.25 mL、0.50 mL、1.00 mL、1.50 mL、2.50 mL于50 mL容量瓶中，用盐酸（4.5）定容至刻度。此系列标准溶液浓度为0 mg/L、0.50 mg/L、1.00 mg/L、2.00 mg/L、3.00 mg/L、5.00 mg/L。在与试样测定相同条件下，用原子吸收光谱仪以去离子水调零，测量标准溶液的吸光度，减去“零”浓度溶液的吸光度。以金浓度为横坐标，吸光度为纵坐标绘制工作曲线。

#### 6.5.3 样品溶液测定

在与校正溶液测定相同条件下，以水调零，测量试样溶液的吸光度，从工作曲线上查出相应的金浓度。



7 结果计算

7.1 覆盖层金的质量

覆盖层金的质量  $m$  以 g 表示，按公式 (1) 计算：

$$m = c \times V \times 10^{-3} \dots\dots\dots (1)$$

式中：

- $c$  —— 样品溶液的浓度，单位为毫克每升 (mg/L)；
- $V$  —— 样品溶液的定容体积，单位为升 (L)。

计算结果表示到小数点后 4 位。

7.2 金覆盖层厚度

金覆盖层厚度  $H$  以  $\mu\text{m}$  表示，按公式 (2) 计算：

$$H = \frac{m}{\rho \cdot S} \times 10^4 \dots\dots\dots (2)$$

式中：

- $H$  —— 覆盖层平均厚度，单位为微米 ( $\mu\text{m}$ )；
- $m$  —— 试样覆盖层金的质量，单位为克 (g)；
- $\rho$  —— 试样覆盖层金的密度，单位为克每立方厘米 ( $\text{g}/\text{cm}^3$ )；
- $S$  —— 试样测试面积，单位为平方厘米 ( $\text{cm}^2$ )。

计算结果表示到小数点后 2 位。

7.3 允许差

小于 10%。

8 试验报告

试验报告应包括以下信息：

- 样品的鉴别，包括来源、接样日期、形状；
- 使用的标准（包括发布或出版年号）；
- 样品金覆盖层的结果（以足金表示）；
- 如果必要，需有此标准方法的偏差；
- 测试过程中任何异常情况的记录；
- 测试日期；
- 完成分析的实验室签章；
- 实验室负责人及操作人员签名。