

轧片方向和厚度对纯金火试金测定的影响

张学友, 曹小勇, 杨桂群, 黄杏娇, 卻婉婷
(深圳市宁深检验检测技术有限公司, 广东 深圳 518112)

摘要: 火试金法作为贵金属珠宝领域检测金含量的仲裁方法, 方法涉及许多人为操作步骤, 不同的操作过程可能对实验结果都会有不同的影响。通过对轧片过程中轧片方向的两种选择和三种不同金卷的厚度进行试验研究, 计算标准金平行样品的极差值、平行样品的金含量和金卷的 ICP 差减法测得金含量三种结果对比, 表明轧片方向和厚度对火试金测定结果并无影响。

关键词: 分析化学; 火试金法; 金含量; 压片方式

中图分类号: O652.1 **文献标识码:** A **文章编号:** 1004-0676(2019)S1-0134-03

Effect of Rolling Direction and Thickness on the Determination of Pure Gold Fire Assay

ZHANG Xueyou, CAO Xiaoyong, YANG Guiqun, HUANG Xingjiao, QUE Wanting
(Shenzhen Ningshen Inspection and Detection Company, Shenzhen 518112, Guangdong, China)

Abstract: As an arbitration method for detecting gold content in precious metal jewelry field, fire assay involves many artificial operation steps. Different operation processes may have different effects on the experimental results. Through two choices of rolling direction and three different coils' thickness in the process of rolling, the comparison of the extreme difference of standard gold parallel sample, the gold content of parallel sample and the gold content of coil measured by ICP-AES subtraction method showed that the direction and thickness of rolling sheet had no influence on the results of fire assay.

Key words: analytical chemistry; fire assay method; gold content; pressing method

目前国内对于金含量的检测有差减法和火试金法, 由于工艺的不断发展和, 市场上 K 金、硬金、古法工艺饰品层出不穷, 作为检测金含量的仲裁方法 (GB/T9288-2006)^[1] 显得尤为重要。火试金法包括称量、灰吹、退火轧片、分金, 计算等步骤。在火试金实验中的人为操作尤为重要, 灰吹过程中应避免出现金银合金开花现象, 退火过程中应避免金卷退火起泡、熔融, 轧片过程中应避免金卷开裂、起刺、掉渣等现象。GB/T9288-2006 方法中未规定轧片过程轧片的方向选择, 轧片厚度要求为 0.15mm~0.20mm。本文探讨在火试金测定纯金样品过程中轧片方向和厚度对结果的影响, 为火试金分析操作提供参考。

1 实验部分

1.1 设备和试剂

X 射线荧光光谱仪 (DRF): 岛津 EDX7000。电子天平: 赛多利斯 MSE225S-0CE-DU, 精度: 0.1 mg。火试金专用灰吹炉: 室温至 1300℃, 控温温差小于 ±20℃。轧片机: 最小轧制厚度不大于 0.1 mm。数显式游标卡尺, 镁砂灰皿板, 分金蓝, 锤子, 铁毡等试金工具。

硝酸: 优级纯, 不含氯离子; 盐酸, 优级纯; 标准金: 金含量 ≥ 999.99‰; 纯银: 银含量 ≥ 999.9‰, 不含金和铂族元素; 铅箔: 分析纯, 不含贵金属和

铋；铜丝：铜含量 $\geq 999\%$ ，不含金和铂族元素；实验用水为去离子水；测定样品：金料(不含铂、铑等不溶于硝酸的成分，不含钯)。

1.2 样品预处理

适当截取样品各部分，轧成薄片，用酒精擦拭表面，然后用水清洗，烘干。

1.3 称量

将轧成薄片的样品剪成碎片，称取 209 ± 1 mg 样品共 6 组，精确至 0.01 mg，每组做平行样品。每组样品配备 2 个平行标准样品，质量为 200 ± 1 mg，放入 5 g 的铝箔中。向每个铝箔中加入 480 mg 银，向标准金中加入约 20 mg 铜丝。将称好的标准金和样品用铝箔包好，卷成球形备用。

1.4 灰吹

将包裹好样品和标准金的铅球分为 6 组，每组 4 个样品(2 个标准金和 2 个样品)，将 6 组样品放入 1000°C 灰吹炉中的灰皿中，将标准金和样品交叉排列，炉温保持在 1000°C ，氧化灰吹 25 min。然后让高温炉自然冷却至 700°C 以下，取出灰皿。

1.5 退火轧片

将降至 700°C 以下的金银合金用镊子取出并用刷子仔细刷去附着在上面的灰皿材料，放在铁毡上，夹紧，用锤子敲打成片，所有样品和标样打成统一片状并退火。将 6 组样品按不同的方向和厚度分别轧片。金卷退火卷成圆筒状，按照顺序放入分金篮中进行后续操作。

1.6 分金烘干

将分金篮置于 400 mL 加热至 90°C 的(1+1)硝酸中，持续加热至赶净氮氧化物为止。将分金篮取出，用 $60\sim 70^\circ\text{C}$ 的热水清洗金卷 3 次，在将分金篮放入 400 mL (2+1)硝酸中^[2]，煮沸 25min。根据吴柏杨等^[3]的研究，分金时长 25 min 时，金质量分数大于 999‰，增加分金时间，金质量分数保持不变。取出分金篮，用热水洗涤 5 次，将分金篮放置电炉上烘干，然后放入 750°C 高温炉中加热 5 min，取出冷却。

1.7 结果计算

采用下式计算样品中的金含量($\omega(\text{Au})$):

$$\omega(\text{Au})\% = [(m_2 + \Delta)/m_1] \times 1000 \quad (1)$$

$$\Delta = m_3 E - m_4 \quad (2)$$

式中： m_1 为试样质量，mg； m_2 为试样分金后所得金卷质量，mg； m_3 为标准金质量，mg； m_4 为标准金分金后所得金卷质量，mg； E 为标准金纯度，999.99‰。

1.8 ICP-AES 测定

在 6 组样品中，每组随机挑取一个金卷放入 50 mL 烧杯中，加 10 mL 王水(3+1)加热溶解，用(1+7)的盐酸定容于 100 mL 容量瓶，采用 ICP-AES 测定杂质含量，差减计算金含量。

2 结果与讨论

2.1 X 射线荧光测定结果

用 X 射线荧光光谱仪对样品进行多点测试，结果如表 1 所列。

表 1 金含量 X 射线荧光光谱仪多点测试结果

Tab.1 Multi-point test results of X-ray fluorescence spectrometer for gold content

测定值/%	平均值/%
955.6, 951.2, 958.6, 953.3, 957.5, 957.1, 953.7, 956.8, 956.8, 954.5	955.5

2.2 不同轧片方式对称量值的影响

将 6 组样品分别编号为 A、B、C、D、E 和 F，选取 A、B 和 C 供 3 组样品，以每次短边进入压片机方式进行轧片，用游标卡尺量取薄片厚度，A 组样品轧至厚度为 0.12 mm，B 组样品轧至厚度为 0.15 mm，C 样品轧至厚度为 0.20 mm。另取 D、E 和 F 3 组样品，以每次长边进入压片机方式进行轧片，用游标卡尺量取薄片厚度，D 组样品轧至厚度为 0.12 mm，E 组样品轧至厚度为 0.15 mm，F 样品轧至厚度为 0.20 mm。选取每组其中的一个薄片做对比，如图 1 所示。

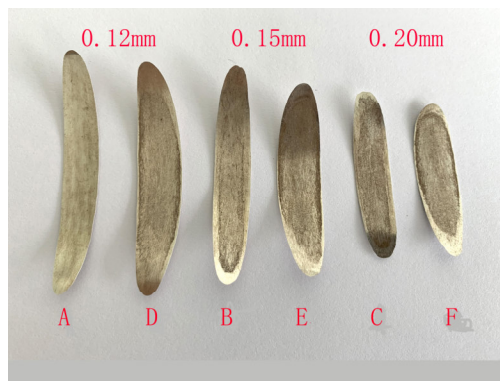


图 1 样品轧片图示

Fig.1 Sample rolled sheet diagram

6 组标准金通过不同的轧片方式,称量得到的结果如表 2 所列,计算得到的 Δ 值同样列于表 2。

表 2 标准金样品结果

Tab.2 Standard gold sample results

编号	标准金 质量/mg	金卷质 量/mg	金卷厚 度/mm	Δ /mg	Δ 平均 值/mg
A	201.03	201.04	0.12	-0.01	-0.02
	200.52	200.54	0.12	-0.02	
B	199.39	199.42	0.15	-0.03	-0.03
	199.61	199.64	0.15	-0.03	
C	200.15	200.17	0.20	-0.02	-0.02
	199.13	199.14	0.20	-0.01	
D	199.92	199.97	0.12	-0.05	-0.05
	199.69	199.74	0.12	-0.05	
E	199.91	199.96	0.15	-0.05	-0.04
	200.50	200.52	0.15	-0.02	
F	199.97	200.00	0.20	-0.03	-0.03
	199.71	199.74	0.20	-0.03	

火试金法要求 999.0‰~999.5‰金合金含量平行样品偏差应小于 0.2‰。计算可知称取 200 mg 标准金进行火试金试验,平行样金卷平均值的极差值应小于 0.04 mg。根据表 2 得出的标准金平行样品的极差值可以看出两种轧片方向和不同的轧片厚度,对实验结果并无太大影响。

2.3 试样金含量分析

根据公式(1)得到 6 组样品的金含量,列于表 3。

表 3 样品金含量结果

Tab.3 Results of gold content in Samples

编号	A	B	C	D	E	F
金含量/‰	958.22	957.91	958.12	958.19	958.03	958.12
	958.30	958.36	958.38	958.55	958.47	958.54
平均值/‰	958.3	958.1	958.2	958.4	958.2	958.3

结果表明两种轧片方向,不同的轧片厚度,金含量依然满足标准平均值偏差要求。

2.4 ICP-AES 测定分金卷

随机抽取 6 个金卷通过 ICP-AES 差减法^[4]测定,采用差减法得到分金后金卷的金含量,见表 4。

表 4 ICP-AES 测定结果

Tab.4 ICP-AES test results

编号	A	B	C	D	E	F
金含量/‰	999.1	999.0	999.0	999.1	999.0	999.0

由表 4 结果可见 6 个金卷的金含量,都可以达到 999‰,均达到较高纯度,进一步证实轧片厚度和方向对实验结果并无影响。

3 结论

3 种方式验证表明,火试金不同轧片方向和轧片厚度对最终结果并无影响,这也是在保证其他环节中样品和标准金一致性而得出的。各实验室在火试金退火轧片过程中,可选择合适己方的方式来进行试验,提高实验的可操作性,保证试验结果的准确性。

参考文献:

[1] 全国首饰标准化技术委员会(SAC/TC 256). 金合金首饰 金含量的测定 灰吹法(火试金法): GB/T 9288-2006 [S]. 北京: 中国标准出版社, 2006.

[2] 刘远标, 周烈, 周志明, 等. 火试金法分金起始温度的探讨[J]. 现代测量与实验室管理, 2015(6): 3-6.

[3] 吴柏杨, 张梦杰. 火试金法合理分金时长的探讨[J]. 现代测量与实验室管理, 2014(4): 20-21.

[4] 全国首饰标准化技术委员会(SAC/TC 256). 贵金属合金首饰中贵金属含量的测定 ICP 光谱法 第 6 部分: 差减法: GB/T 21198.6-2007[S].北京: 中国标准出版社, 2007.