

ICP-OES 快速测定高纯度金饰品中金含量——差减法

周万峰^{1,2}, 朱志雄^{1,2}

(1. 贵州省矿产品黄金宝石制品质量监督检验站, 贵州 贵阳 550004;
2. 贵州省地质矿产中心实验室, 贵州 贵阳 550018)

[摘要]以电感耦合等离子体发射光谱仪(ICP-OES)为主检仪器,采用基体匹配,测定金含量为999‰~999.95‰的高纯金饰品中银、铝、砷、铋、镉、钴、铬、铜、铁、铈、镁、锰、镍、铅、钡、铂、铑、钨、锡、碲、钛、锌等杂质元素含量(RSD≤10%),用差减法确定饰品中金含量。

[关键词] ICP-OES;快速测定;高纯度金饰品;基体匹配;差减法

[中图分类号]O657.3 [文献标识码]A [文章编号]1000-5943(2016)02-0145-03

1 引言

市场上金含量大于999‰的高纯度金饰品中,可含银、铝、砷、铋、镉、钴、铬、铜、铁、铈、镁、锰、镍、铅、钡、铂、铑、钨、锡、碲、钛、锌等杂质元素。作者通过研究比对贵金属合金及饰品分

析方法^[1-4],采用王水溶解试样后制备成 $\rho(\text{Au}) = 20\text{g/L}$ 的溶液,基体匹配工作曲线,ICP-OES直接测定杂质元素,用差减法确定金含量。方法适用于金含量为999‰~999.95‰的金饰品,可覆盖市场上大多数高纯度金饰品的检测需要。

本法各杂质元素的测定范围见下表1。

表1 高纯度金饰品中杂质元素含量的测定范围^①

Table 1 Determination scope of impurity element in high purity gold jewelry

元素	测定范围(‰)	元素	测定范围(‰)	元素	测定范围(‰)
银	0.001 0~0.080	铁	0.002 5~0.16	铑	0.001 0~0.080
铝	0.001 5~0.080	铈	0.001 0~0.080	钨	0.001 0~0.080
砷	0.002 0~0.080	镁	0.001 5~0.080	铈	0.001 5~0.080
铋	0.004 0~0.080	锰	0.001 0~0.16	碲	0.002 5~0.080
镉	0.000 5~0.080	镍	0.000 5~0.080	锡	0.002 5~0.080
钴	0.000 5~0.080	铅	0.002 0~0.080	碲	0.001 0~0.080
铬	0.001 5~0.080	钡	0.001 0~0.080	钛	0.001 0~0.080
铜	0.001 0~0.080	铂	0.001 0~0.080	锌	0.001 0~0.16

① 赛默飞世尔 ICP6300 MFC 电感耦合等离子体发射光谱仪测量的数据。

2 分析步骤

2.1 试剂与器材

2.1.1 试剂

除另有说明外,检测中仅使用优级纯试剂和符合标准《分析实验室用水规格和试验方法》

(GB/T6682-2008)中规定的一级水或相当纯度的水。

盐酸:质量分数为36%~38%, $\rho = 1.19\text{g/ml}$

硝酸:质量分数为65%~68%, $\rho = 1.40\text{g/ml}$

王水(使用前配制):1体积硝酸与3体积盐酸混合

2.1.2 高纯金样品

纯度不低于99.999%。

[收稿日期]2016-02-10

[作者简介]周万峰(1974—),男,贵州遵义人,工程硕士,工程师,长期从事化学分析工作。

2.1.3 混合标准溶液

2.1.3.1 混合标准溶液 1

移取相关杂质元素标准溶液,配制成 1 ml 含 2 μg 银、铝、砷、铋、镉、钴、铬、铜、铀、镁、镍、铅、钡、铂、铯、钕、铟、锡、碲、铪和 10 μg 铁、锰、锌的溶液,介质为 20%王水。

2.1.3.2 混合标准溶液 2

移取相关杂质元素标准溶液,配制成 1 ml 含 20 μg 银、铝、砷、铋、镉、钴、铬、铜、铀、镁、镍、铅、

钡、铂、铯、钕、铟、锡、碲、铪和 50 μg 铁、锰、锌的溶液,介质为 20%王水。

2.1.4 仪器

常规实验室仪器。

电感耦合等离子体发射光谱仪(ICP-OES): 精密度 1%,波长分辨率 0.02 nm,所测元素检测限优于 0.02 μg/ml,具有背景校正功能。

电子天平:感量 0.01 mg,精度等级为 II 级。

被测杂质元素推荐波长参见表 2。

表 2 杂质元素推荐波长(分析线)^①

Table 2 Recommend the wavelength of impurity element

元 素	波 长	其他可用波长	元 素	波 长	其他可用波长
银	328.068	338.289	镍	352.454	231.604
铝	396.152	308.215	铅	168.220	220.353
砷	189.042	193.696	钡	340.458	355.308
铋	223.061	306.772	铂	306.471	203.646
镉	226.502	228.802	铯	343.489	
钴	228.616	238.892	钕	240.272	
铬	267.716	283.563	铟	206.833	217.581
铜	324.754	327.396	锡	196.090	
铁	259.940	239.563	碲	189.989	189.927
铀	215.278		铪	214.281	
镁	279.553	280.270	铪	334.941	
锰	257.610	260.569	铪	213.856	

①赛默飞世尔 ICP6300 MFC 电感耦合等离子体发射光谱仪适用。

2.2 试样与溶液制备

2.2.1 试样制备

将试样碾成薄片(越薄越好)后剪成小碎片,放入烧杯中,加 20ml 乙醇溶液(1+1),于电热板上加热煮沸 5 min 取下,将乙醇液倾去,用超纯水反复洗涤金片三次,加 20 ml 盐酸溶液(1+9),于电热板上加热煮沸 5 min 取下,倾去盐酸溶液,用超纯水反复洗涤金片三次,将金片放入玻璃称量瓶中,盖上瓶盖放入烘箱于 105℃ 烘干,取出备用。

2.2.2 试样溶液制备

称取(1 000 ± 2.5) mg 试样(精确至 0.01 mg),置于 100 ml 烧杯中,加王水(3.3)30 ml,盖上表面皿,于低温电热板上缓慢加热直至完全溶解,继续加热除尽氮氧化物。取下冷却后,将溶液转移至 50 ml 容量瓶中,用王水溶液(1+4)冲洗表面皿和烧杯,洗液并入容量瓶中,稀释至刻度,摇匀备用。每一件样品制备两份试样溶液。

2.2.3 校正溶液制备

称取三份质量为(1000 ± 2.5) mg 高纯金样品(纯度 > 99.999%),按 2.2.2 方法溶解后得三份高纯金溶液,依以下步骤制备校正溶液:

校正溶液 1:将第一份高纯金溶液转移至 50 ml 容量瓶中,用王水溶液(1+4)冲洗表面皿和烧杯,洗液并入容量瓶中,稀释至刻度,摇匀。校正溶液 1 被测杂质元素的浓度设为 0 μg/ml。

校正溶液 2:将第二份高纯金溶液转移至预先盛有 5 ml 混合标准溶液 1 的 50 ml 容量瓶中,用王水溶液(1+4)冲洗表面皿和烧杯,洗液并入容量瓶中,稀释至刻度,摇匀。此溶液 1 ml 含 0.2 μg 银、铝、砷、铋、镉、钴、铬、铜、铀、镁、镍、铅、钡、铂、铯、钕、铟、锡、碲、铪和 1 μg 铁、锰、锌。

校正溶液 3:将第三份高纯金溶液转移至预先盛有 5 ml 混合标准溶液 2 的 50ml 容量瓶中,用王水溶液(1+4)冲洗表面皿和烧杯,洗液并入容量瓶中,稀释至刻度,摇匀。此溶液 1 ml 含 2 μg 银、铝、砷、铋、镉、钴、铬、铜、铀、镁、镍、铅、钡、铂、铯、钕、铟、锡、碲、铪和 5 μg 铁、锰、锌。

2.3 测定

调整电感耦合等离子体发射光谱仪(ICP-OES)至最佳状态,依据表2选择合适的分析线和背景校正。

测量校正溶液1~3的杂质元素谱线强度,其中校正溶液1被测杂质元素的浓度设为0 μg/ml,根据测试结果绘制工作曲线;在与测量校正溶液相同条件下,分别测量两份试样溶液中杂质元素的谱线强度,由工作曲线得到试样溶液中各杂质元素的浓度。

2.4 结果表示

2.4.1 杂质元素总量的计算

试样中杂质元素总量按下式计算:

$$\sum A = \frac{\sum C_i \times V \times 10^{-3}}{m} \times 1000$$

式中:

$\sum A$ —试样中杂质元素的总量,‰。

$\sum C_i$ —试样溶液中杂质元素的浓度总和, μg/ml。

V —试样溶液的体积,ml。

m —试样的质量,mg。

计算结果表示到小数点后三位。

2.4.2 金含量的计算

试样中金含量按下式计算:

$$w(\text{Au}) = 1000 - \sum A$$

式中:

$w(\text{Au})$ —试样中金的含量,‰。

$\sum A$ —试样中杂质元素的总量,‰。

计算结果表示到小数点后两位。

2.4.3 重现性

平行测定两份试样中杂质元素总量的相对偏差应小于20%,如大于20%,应重新测定。

3 结语

(1)与文献^[1-3]规定的方法相比,该方法省略了有机萃取步骤,分析手续更为简单,更适合黄金质检机构日常检测。

(2)该方法经多次验证,测量准确度满足《高纯金化学分析方法》(GB/T 25934-2010)中相关要求,可作为仅配备ICP-OES的检测机构参考使用。

(3)该方法适用于金含量999‰~999.95‰的高纯度金饰品或制品的金含量分析,超出本范围的金饰品或制品,应采用相关的标准、方法进行。

[参考文献]

- [1] 全国黄金标准化技术委员会. GB/T 25934-2010 高纯金化学分析方法[S]. 北京:中国标准出版社,2011.
- [2] 全国首饰标准化技术委员会. GB/T 21198.4-2007 贵金属合金首饰中贵金属含量的测定 ICP 光谱法 第4部分 999‰ 贵金属合金首饰 贵金属含量的测定 差减法[S]. 北京:中国标准出版社,2008.
- [3] 全国首饰标准化技术委员会. GB/T 21198.6-2007 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[S]. 北京:中国标准出版社,2008.
- [4] 全国有色金属标准化技术委员会. GB/T 11066-2009 金化学分析方法[S]. 北京:中国标准出版社,2008.

ICP-OES Quick Determination Gold Content in High Purity gold Jewelry-Subtraction Method

ZHOU Wan-feng^{1,2}, ZHU Zhi-xiong^{1,2}

(1. Guizhou Provincial Quality Supervise Proof-test Center of Gold, Mining & Jewellery, Guiyang 550001, Guizhou, China; 2. MLR Guiyang Supervision and Testing Center of Mineral Resources, Guiyang 550004, Guizhou, China)

[Abstract] The ICP-OES is taken as the main testing equipment, by matrix matching, the impurity element content (RSD ≤ 10%) in high purity gold jewelry (silver, aluminum, arsenic, bismuth, cadmium, cobalt, chrome, copper, iron, iridium, magnesium, manganese, lead, palladium, rhodium, ruthenium, antimony, selenium, tin, tellurium, titanium and zinc) are determined, then the gold content is determined by subtraction method.

[Key words] ICP-OES; Quick determination; High purity gold jewelry; Matrix matching; Subtraction method