

云锦扁金线的金层含金量测定

杨 鹂¹, 吴奕阳², 赵敏华¹, 王浩杰¹, 张 帆¹, 李媛媛¹

(1. 国家金银制品质量监督检验中心(南京), 南京市产品质量监督检验院, 南京 210028;

2. 国家金银制品质量监督检验中心(上海), 上海市计量测试技术研究院, 上海 200233)

摘要: 云锦妆花缎是云锦中的高端产品, 其中的扁金线的金层含金量一直没有检测方法。采用王水溶解云锦扁金线, 进行 ICP-AES 法测定主成分金, 次成分银、铜, 按照金在检测的所有主要金属元素总和的相对占比来计算含金量。方法精密度分别为金 13.1%~16.5%; 银 2.69%~6.54%; 铜 5.58%~9.92%, 加标回收率分别为金 96.5%~98.0%、银 97.4%~100.0%、铜 90.4%~101%。

关键词: 分析化学; ICP-AES 法; 云锦; 金线金层; 金

中图分类号: TS934.3, O657.34 **文献标识码:** A **文章编号:** 1004-0676(2018)S1-0188-03

Determination of Gold Content in the Gold Layer of Cloud Brocade Flat Gold Line

YANG Su¹, WU Yiyang², ZHAO Minhua¹, WANG Haojie¹, ZHANG Fan¹, LI Yuanyuan¹

(1. National Centre of Quality Supervision & Inspection on Gold-Silver Products(Nanjing), Nanjing Institute of Product Quality Inspection, Nanjing 210018, China; 2. National Center of Quality Supervision & Inspection On Gold-Silver Products(Shanghai),

Shanghai Institute of Measurement and Testing Technology, Shanghai 200233)

Abstract: Satin of brocade-Zhuang hua is a high-end product in the cloud brocade, in which the gold content of the flat gold line has not been detected. The gold line of cloud brocade line was dissolved with aqua regia. Then ICP-AES method was used to determine the content of gold, silver, and copper. The gold content was calculated according to the relative ratio of the sum of all the main metal elements detected. The precision of the method was 13.1%~16.5% for gold, 2.69%~6.54% for silver, 5.58%~9.92% for copper, respectively. The standard recovery rate is 96.5%~98.0% for gold, 97.4%~100.0% for silver, and 90.4%~101% for copper, respectively.

Key words: analytical chemistry; ICP-AES; cloud brocade; gold layer of gold line; gold .

云锦, 南京工艺“三宝”之首, 是南京名族传统至臻至美的提花丝织工艺珍品。云锦^[1]的“锦”字, 是“金”字和“帛”字的组合, 云锦织物就是这两种产品完美的结合体。云锦喜用金线、银线、铜线及蚕、绢丝, 各种鸟兽羽毛等织造, 整个编织过程复杂而艰苦, 《释名·采帛》曰: “锦, 金也, 其价如金”, 就是说, 云锦是豪华贵重的丝帛。2001年, 南京云锦正式申报人类口头和非物质文化遗产, 2009年9月中国南京云锦织造技艺成功入选《人类非物质文化遗产代表作名录》。云锦妆花缎见图1。

云锦中的扁金线采用特殊的制作工艺, 是将纯金(含金量≥90%)打制成厚度仅为 0.1 μm 的金箔, 用特制的胶粘贴在纸上, 再裁制成线用于云锦编制。对于制作云锦扁金线的金箔的含金量已有相应的检测方法^[2], 而云锦产品虽然有国家标准^[3], 但是在标准中仅有丝帛织法的检测, 而没有金、银线的检测, 不够完整。本文针对一特殊工艺品建立云锦中扁金线的金层含金量的检测方法, 以满足云锦产品的检测需求。

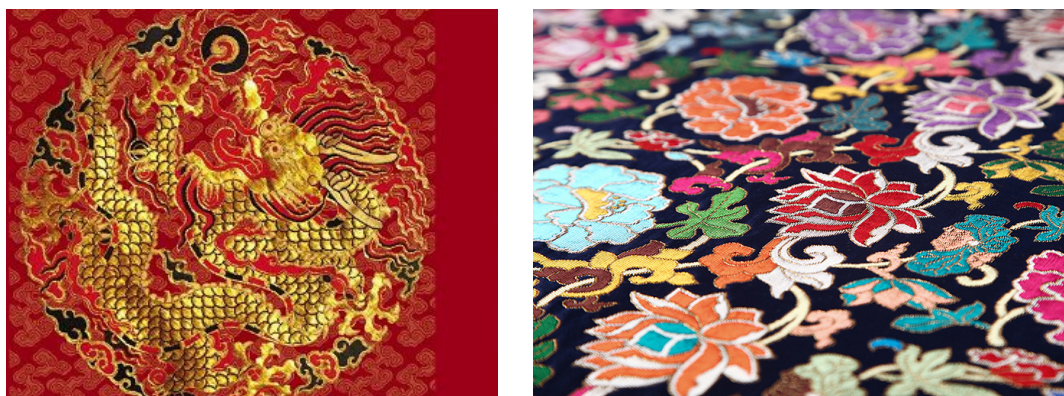


图 1 云锦妆花缎 Fig.1 Satin of brocade-Zhuang hua

1 实验部分

1.1 仪器和主要工作条件

电感耦合等离子体发射光谱仪(美国赛默飞公司 iCAP 6300 型 ICP-AES)。仪器工作条件: RF 功率 1150 V, 积分时间 15 s, 雾化气 0.7 L/min, 辅助气 0.5 L/min, 冷却气 12 L/min, 分析泵速 60 rpm, 水平观测。分辨率 0.007 nm, 波长范围 165~900 nm。检测限 0.002~0.2 mg/L。

1.2 试剂和样品

金、银、铜标准储存溶液(国家钢铁材料测试中心): 1000 $\mu\text{g/mL}$; 氩气(纯度不小于 99.99%); 盐酸(1+1); 硝酸(1+1)均为分析纯配制。试验用水为去离子水, 电导率不大于 1 $\mu\text{s/cm}$ 。试验样品: 云锦妆花缎产品扁金线中金层元素含量, 金 97.5%, 银 2%, 铜, 0.5%。

1.3 实验方法

1.3.1 样品预处理

在云锦妆花缎产品的背面随机剪取残留的金线数百根, 剪成屑状, 混匀。用四分法等分分样, 取对角部分混合等分成二份试料, 平行称取两份试料样品 1.0 g(精确至 0.0001 g)。

将试料置于 100 mL 瓷坩埚中, 盖上坩埚盖, 在 500 $^{\circ}\text{C}$ 高温炉中碳化约 0.5 h, 稍稍打开瓷盖, 炉温升至 750 $^{\circ}\text{C}$ 灰化约 1.5 h, 取出冷却。将灰粉扫入 50 mL 烧杯中, 加入 15 mL 盐酸(1+1)、15 mL 硝酸(1+1), 盖上表皿, 低温加热约 2 min, 用少量(以不穿滤为准)处理过的玻璃棉过滤, 滤液收集于预先盛有 2 mL 盐酸(1+1)的 100 mL 容量瓶中, 用盐酸(1+9)洗涤至玻璃棉无金离子(Au(III))黄色, 洗涤液并入容量瓶中, 再用盐酸(1+9)稀释至刻度。混匀。测定

银、铜浓度。

准确移取上述试液 5 mL, 于预先盛有 1 mL 盐酸(1+1)的 50 mL 容量瓶中, 用盐酸(1+9)稀释至刻度。混匀。测定金浓度, 计算金层含量。

1.3.2 标准工作溶液的配制

根据云锦中金线使用的金箔的含金、银、铜量, 分别移取金、银、铜标准溶液于预先盛有 1 mL 盐酸(1+1)的 50 mL 容量瓶中, 用盐酸(1+9)稀释至刻度。混匀, 得到表 1 金、银、铜标准工作溶液。

表 1 金、银、铜标准工作溶液

Tab.1 Standard working solution for gold, silver and copper

金含量/%	标准工作溶液浓度/($\mu\text{g/mL}$)		
	Au	Ag	Cu
>99	200; 100; 50; 20; 0	10; 5; 2; 1; 0	10; 5; 2; 1; 0
97~99	200; 100; 50; 20; 0	10; 4; 2; 1; 0	10; 4; 2; 1; 0

1.3.3 测定

于电感耦合等离子体发射光谱仪上, 分别对标准工作溶液, 试料空白溶液, 银、铜试液, 金试液进行测定。

2 结果与讨论

2.1 试样制取方法的选择

随机称取云锦背面剪碎的金线样品, 因为金线的批次不同, 随机剪取的云锦金线测试金层含量的均匀性不好, 因此采取随机取样, 剪碎混匀后, 用四分法制样, 称取对角线样品等分成二份试料, 平行称取两份试料样品进行检测。

2.2 共存杂质元素的选择

云锦中扁金线是采用金箔贴在特殊的纸上再裁

剪成线的制作而成,在检测中是按照金箔制作工艺的要求考虑检测的元素,并以制作金箔配比的银、铜为主要测定元素。

2.3 金层含金量结果计算及其位数保留

以主量元素金在所有检测元素之和中的相对占比的百分比,计算金线的金层含金量。由于金作为主量元素,浓度高,用 ICP-AES 进行检测易溢出标准溶液曲线范围,因此使用稀释试液的方法检测金线含金量。金箔因为打制工艺过程的复杂性,在含金量判定上使用如 98%±1%的方式,所以云锦扁金线金层含金量检测结果的判定也参照金箔含金量的方式。又由于检测方法的精度可以达到要求,所以检测结果保留到小数点后一位。

2.4 元素分析线的选择

在优化的仪器参数条件下,对测定的次成分银、

铜元素,选择线性好、光谱干扰少、灵敏度高,背景低的分析谱线;对测定的主成分金元素,选择灵敏度低的分析谱线。推荐元素分析线分别为银 328.068 nm、铜 324.754 nm、金 197.819 nm。

2.5 检出限试验

用平行测定 10 次空白溶液的 3 倍标准偏差,计算银、铜元素的方法检出限。银、铜元素方法检出限均为 0.0002 μg/mL。

2.6 精密度试验

选择 3 个不同含金量的金线样品,各平行称取 5 份,按“1.3”处理、测定。计算银、铜元素的相对标准偏差小于 10%,结果表明检出分析方法的重复性良好。虽然计算金元素的相对标准偏差大于 10%,但其检测值参与结果计算是一个相对占比值,故对结果影响不大。精密度试验结果见表 2。

表 2 精密度试验结果

Tab.2 Precision test results

样品	测定元素	测得值/(μg/mL)	平均值/(μg/mL)	RSD/%
1 [#] (贴 98%金箔的金线)	Ag	2.11; 2.19; 2.22; 2.08; 2.13	2.15	2.69
	Cu	0.38; 0.37; 0.30; 0.39; 0.35	0.38	9.92
	Au	105; 115; 99.0; 90.0; 126	107	13.1
2 [#] (贴 99%金箔的金线)	Ag	0.63; 0.65; 0.66; 0.60; 0.62	0.63	3.81
	Cu	0.45; 0.43; 0.42; 0.46; 0.40	0.43	5.58
	Au	90.0; 100; 125; 88.0; 86.0	97.8	16.5
3 [#] (贴 99.5%金箔的金线)	Ag	0.25; 0.27; 0.26; 0.23; 0.27	0.26	6.54
	Cu	0.11; 0.13; 0.12; 0.12; 0.11	0.12	7.22
	Au	85.9; 72.0; 90.1; 95.1; 65.0	81.6	15.5

2.7 准确度试验

采用样品加标回收率试验考察方法准确度。称取一定量试验样品,按“1.3”处理后,分别于分取的试液中加入一定量金、银、铜标准溶液,用选定的波长和已经建立的分析方法,测得回收率分别为金 96.5%~98.0%、银 97.4%~100.0%、铜 90.4%~101%。

3 结语

本文研究了云锦中扁金线的金层含金量的一种

检测方法,该方法检出限低、精密度高、准确性好,样品分析结果好。

参考文献:

- [1] 南京云锦研究所有限公司. 地理标志产品 云锦: GB/T 21930-2008[S]. 北京: 中国标准出版社.
- [2] 南京金陵金箔股份有限公司. 金箔: QB/T 1734-2008 [S]. 北京: 中国轻工业出版社.
- [3] 南京云锦研究所有限公司. 云锦妆花缎: GB/T 30670-2014[S]. 北京: 中国标准出版社.