

# 翡翠热处理温度试验研究

熊大民, 史庆南, 沈黎, 周晓龙

(昆明理工大学 新材料制备与加工重点实验室, 云南 昆明 650093)

**摘要:** 由于商业化的原因, 翡翠优化工艺及其内容方面的资料很难获得, 作者在离子注入翡翠改色研究过程中进行了多组翡翠热处理试验, 初步获得了翡翠热处理的温度条件. 利用红外与 X 衍射分析手段对热处理处理后的翡翠样品进行了分析, 结合样品外观分析, 探讨了热处理过程中温度因素与翡翠水头和颜色以及结构变化的一些联系.

**关键词:** 翡翠; 热处理; 铬离子

**中图分类号:** P619.28      **文献标识码:** A      **文章编号:** 1007-855X(2006)02-0026-03

## Experimental Research on the Heat Treatment Temperature of Jadeite

XIONG Da-min, SHI Qing-nan, SHEN Li, ZHOU Xiao-long

(Key Lab of Advanced Materials, Kunming University of Science and Technology, Kunming 650093, China)

**Abstract** Because of commercialization, it is hard to acquire the papers concerning Jadeite optimizing methods and content. Several experiments are done with the heat treatment in the course of changing jadeite color with ion injection. The temperature condition of the jadeite heat treatment is first got. With the help of infrared spectrum instrument and X-ray diffraction instrument, the treated jadeite sample are analyzed, and combined with the analysis on sample appearance, relationship among the temperature factor and the jadeite diaphaneity, color and structure variety in the heat treatment process is discussed.

**Key words** jadeite; heat treatment; Chromium ion

### 0 引言

关于翡翠的研究和文章很多, 主要集中在地质成因研究和 A、B、C 货鉴定研究方面, 也提到不少翡翠优化及 B 货、C 货、B+C 货的处理方法, 而由于商业化的原因, 对于工艺及其内容一直秘而不宣, 相关的文章更是凤毛麟角. 作者在翡翠色泽优化处理研究中, 积累了一些翡翠热处理温度方面的研究数据, 为翡翠优化及鉴定工作提供参考.

### 1 试验

#### 1.1 试验材料及设备

天然低档翡翠样本, 同一个样本被切成 10 块, 先经过离子注入 Cr 元素, 然后取其中 8 块分别用于热处理温度试验, 热处理试验使用普通马弗炉和常压管式气氛炉.

#### 1.2 试验方案

试验样品被首先进行了 Cr 离子注入处理, 处理条件如表 1 所列.

表 1 离子注入方案

Tab 1 Ion injection methods

样品编号	注入剂量 (离子数 /cm <sup>2</sup> )	束流强度 /mA	加速电压 /kV
Sam-1	$1 \times 10^{17}$	3	70
Sam-2, Sam-3	$5 \times 10^{17}$	3	70
Sam-4, Sam-5	$5 \times 10^{17}$	5	60
Sam-6, Sam-7	$1 \times 10^{18}$	3	70
Sam-8	$1 \times 10^{18}$	5	50

收稿日期: 2005-03-16 基金项目: 昆明理工大学青年教师基金资助 (项目编号: 2003-8).

第一作者简介: 熊大民 (1976~), 男, 硕士, 讲师. 主要研究方向: 离子注入表面改性. E-mail: xiongdaming@163.com

在热处理过程中, 升温速率在预先设定后由设备自动控制, 降温时采用手动控制. 试验进行了 8 组, 编号分别为 f-1 至 f-8 具体方案和条件参数见表 2

表 2 试验方案和条件

Tab. 2 Heat treatment methods and condition

试验编号	样品编号	升温速率 / $^{\circ}\text{C}/\text{min}$	降温速率	上限温度 / $^{\circ}\text{C}$	恒温时间 /h	气氛
f-1	San-1	8	炉冷至 300 $^{\circ}\text{C}$ 空冷	500	2	压缩空气
f-2	San-8	8.7	炉冷	800	4	压缩空气
f-3	San-6	5.6	加电缓冷至 400 $^{\circ}\text{C}$ 后炉冷	700	4	工业纯氧
f-4	San-3	3.6	加电缓冷至 400 $^{\circ}\text{C}$ 后炉冷	600	6	工业纯氧
f-5	San-2	3.5	加电缓冷至 400 $^{\circ}\text{C}$ 后炉冷	600	6	固体氧化剂
f-6	San-4	2.5	加电缓冷至 400 $^{\circ}\text{C}$ 后炉冷	550	8	固体氧化剂
f-7	San-7	2.0	随炉冷	500	24	固体氧化剂
f-8	San-5	2.0	随炉冷	450	48	固体氧化剂

## 2 结果分析与讨论

### 2.1 温度试验结果

下面是热处理温度试验样品性状描述

- f-1: 表层灰色消退, 变为灰绿色, 水头略有降低
- f-2: 表层灰色消退, 变为翠绿色, 但水头损失严重, 样品出现白垩状斑点并有微裂纹
- f-3: 表层灰色消退, 变为翠绿色, 水头损失较大, 有较多白垩状斑点, 未出现裂纹
- f-4: 表层灰色消退, 变为绿色, 水头降低, 未出现白垩状斑点和裂纹
- f-5: 表层灰色消退, 变为浅墨绿色, 水头降低, 未出现白垩状斑点和裂纹
- f-6: 表层灰色消退, 变为黑中带绿, 水头有细微变化, 未出现白垩状斑点和裂纹
- f-7: 表层灰色消退, 变为浅墨绿色, 水头变化不大, 未出现白垩状斑点和裂纹
- f-8: 表层灰色消退, 变为墨绿色, 水头变化不大, 未出现白垩状斑点和裂纹

除上述区别性的性状描述外, 550 $^{\circ}\text{C}$ 以上温度处理的样品, 原来带色的地方有些变为红褐色, 尤其纯氧处理的更加明显, 该现象佐证了翡翠绿色是由部分铁离子致色的提法.

从性状描述中不难看出, 高温处理能够获得鲜艳的翠绿(可见翠绿并非有些文章提到的只有  $\text{Cr}^{3+}$  与  $\text{SO}_4^{2-}$  的结合才有), 但热处理温度在 600 $^{\circ}\text{C}$ 以上水头损失较大, 透明度明显降低, 在光学显微镜下可观察到微裂隙的存在, 可见结构遭到破坏, 500 $^{\circ}\text{C}$ 以下, 这种现象不明显. 因此, 若要对翡翠进行热处理, 温度最好选择在 500 $^{\circ}\text{C}$ 以下, 升降温速率在 5 $^{\circ}\text{C}/\text{min}$ 以下, 一般说来, 温度越低越有利于保持翡翠原有的晶体结构和排列, 但对于离子注入后的样品, 450 $^{\circ}\text{C}$ 以下已经很难使注入成分发生转化.

### 2.2 红外图谱与分析

分析所用 Equina x55 型红外光谱仪为德国布鲁克公司的产品, 选取未处理样, f-1(500 $^{\circ}\text{C}$ ), f-2(800 $^{\circ}\text{C}$ ), f-5(700 $^{\circ}\text{C}$ ), f-7(500 $^{\circ}\text{C}$ )试验样品进行了红外光谱分析, 如图 1 所示(为容易分辨, 各谱线在垂直方向上都有一个相对位移), 图谱显示. 在 600 $^{\circ}\text{C}$ 以下, 热处理最高温度和升降温速

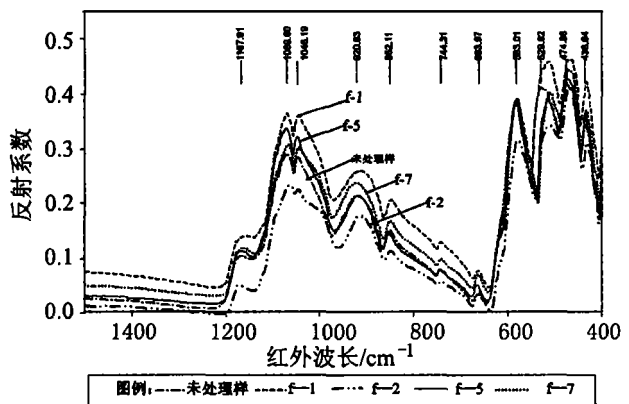


图1 红外分析图谱  
Fig.1 IR analysis figure

率的变化对翡翠原本的物质组成影响很小, f- 2( 800 °C )谱线与其它曲线有变化, 结合外观分析, 800 °C 的高温对翡翠的破坏性极大. 注入元素在氧化热处理后, 虽然效果肉眼可见, 但红外图谱上却没有显示与未处理样品有什么不同, 原因可能有二: 一是注入层较浅, 相对含量较低, 红外光谱无法识别; 二是注入元素氧化后与翡翠中原来的致色成分一致而无法被识别. 其中后者的可能性更大, 证据是注入后的红外图谱与热处理和未处理的红外图 谱有明显的差别 (这一点将在离子注入翡翠改色试验研究一文中进行阐述).

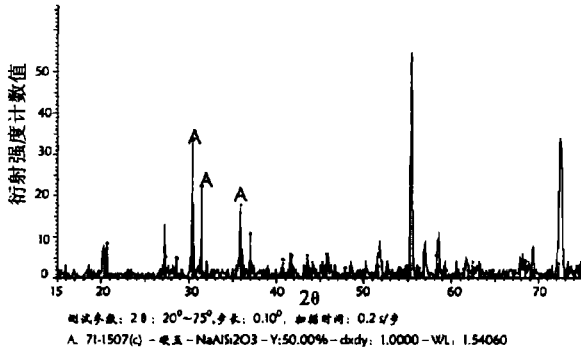


图2 未处理样X-ray衍射图谱  
Fig.2 Rude Sample X-ray diffraction figure

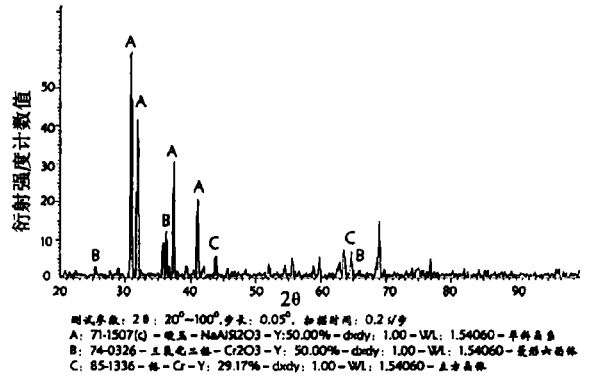


图3 f-1样品X-ray衍射图谱  
Fig.3 f-1 Sample X-ray diffraction figure

2.3 X-ray衍射图谱与分析

分析用 D8 Advance X-ray 衍射仪为德国布鲁克公司的产品, 试验选取未处理原始样、试验 f- 1( 500 °C ), f- 3( 700 °C ), f- 5( 600 °C ), f- 7( 500 °C )各样品进行了 X-ray 衍射分析, 分析图谱如图 2~ 6 所示, 图谱显示各条件下热处理的样品主要成分 NaAlSi<sub>3</sub>O<sub>8</sub> 都没有发生变化, 由此表明翡翠的主体成分的化学性质在 700 °C 都是稳定的, 由于翡翠是多晶结构, 高温使各 NaAlSi<sub>3</sub>O<sub>8</sub> 晶体之间的结合或排列发生了改变, 导致水头或透明度的降低, 而 500 °C 以下的热处理对结构的影响很小. 谱图 3~ 6 显示了注入元素通过热处理都发生了转化, 变成绿色 Cr<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, 图 3 显示还有部分未能完全转化的 Cr, 表明恒温时间或气氛还有欠缺, 实际恒温时间欠缺的还有试验 f- 6 图谱显示 700 °C, 4 h 纯氧, 600 °C, 6 h 固体氧化剂, 500 °C, 24 h 固体氧化剂三种条件下注入元素的转化就趋于完全.

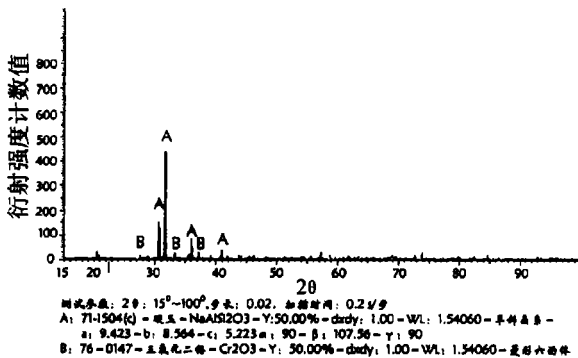


图4 f-3样品X-ray衍射图谱  
Fig.4 f-3 Sample X-ray diffraction figure

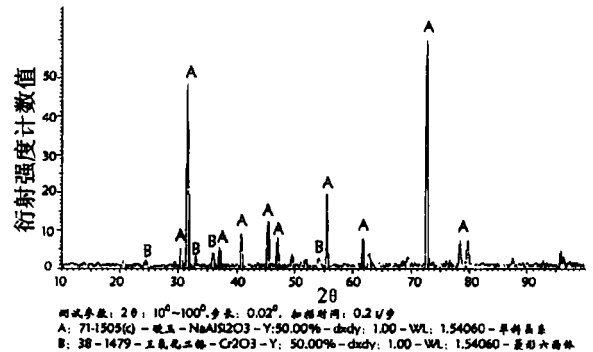


图5 f-5样品X-ray衍射图谱  
Fig.5 f-5 Sample X-ray diffraction figure

3) 在本试验范围内, 通过回归分析, 微波干燥闪锌矿符合 Boltzmann 模型, 根据模型进行理论分析得出, 微波干燥闪锌矿干燥全过程分为加速、恒速和降速三个阶段, 与试验所得到的结果相吻合。

### 参考文献:

- [1] 翟玉春, 刘喜海, 徐家振. 现代冶金学 [M]. 北京: 电子工业出版社, 2000 371.
- [2] 夏湘, 陈祖兴. 微波能在工业上的应用前景 [J]. 海南矿冶, 2001, (2): 47.
- [3] 冯士明, 钱茹. 微波加热技术在材料工业中的应用前景 [J]. 热固性树脂, 1999, (4): 118.
- [4] 彭金辉, 杨显万. 微波能技术应用 [M]. 昆明: 云南科技出版社, 1997: 81-113.
- [5] 王金成, 熊力. 微波在环境化学中的应用 [J]. 气象水文海洋仪器, 2001, (2): 44-46.
- [6] 潘永康. 现代干燥技术 [M]. 北京: 化学工业出版社, 1998 329.
- [7] 郭胜利. 复合肥料的微波干燥研究: [硕士学位论文] [D]. 郑州: 郑州大学, 2003.
- [8] 王俊, 许乃章. 热风, 远红外和微波干燥香菇方程研究 [J]. 农业机械学报, 1994, 25(2): 48-52.

(上接第 28 页)

### 3 结论

结合翡翠热处理样品的外观变化和红外光谱、X-ray 衍射分析结果, 可以获得以下一些初步结论:

- 1) 热处理后样品出现红褐色斑点佐证了翡翠绿色的产生有铁离子致色因素;
- 2) 高温可以使注铬样品获得鲜艳的翠绿色, 但热处理温度在 600 °C 以上严重破坏晶体结构和排列, 导致水头损失较大, 透明度明显降低;
- 3) 大多数翡翠的热处理上限温度约为 500 °C, 若要对翡翠进行热处理, 温度最好选择在 500 °C 以下, 升降温速率在 5 °C /min 以下;
- 4) 铬元素注入后的样品热处理在通常氧化条件下的温度不能低于 450 °C, 恒温时间不能低于 24 h

### 参考文献:

- [1] 吴瑞华. 天然宝石的改善及鉴定方案 [M]. 北京: 地质出版社, 1994 157-164.
- [2] 施加辛. 翡翠的概念、分类及 ABC 货鉴定有关问题的讨论 [J]. 云南地质, 1998, 3-4.
- [3] 申科娅. 红外光谱技术在翡翠鉴定中的应用 [J]. 光谱实验室, 2000 17(3): 347-349.
- [4] 袁奎荣, 邓燕华. 优质翡翠与显微构造的成因关系 [J]. 桂林工学院学报, 2001, 21(1): 1-7.

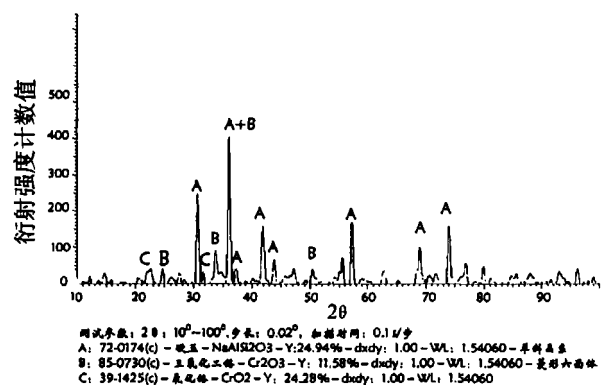


图6 f-7样品X-ray衍射图谱  
 Fig.6 f-7 Sample X-ray diffraction figure