

能量色散 X 射线荧光分析仪检测黄金饰品中的金含量

EDX-007

摘要：黄金饰品是珠宝市场上重要的贵重珠宝种类之一，GB/T9288-2006《金合金首饰金含量的测定灰吹法（火试金法）》为金合金首饰中金含量分析仲裁方法。该方法对测试样品具有不可恢复的破坏性，不能广泛适用于市场上黄金饰品金含量的检测。GB/T18043-2013《首饰贵金属含量的测定 X 射线荧光光谱法》，规定了应用 X 射线荧光光谱法检测贵金属首饰及制品的方法要求，该方法为无损分析法，分析效率、经济性、环保性优于化学方法。X 射线荧光光谱法目前为珠宝行业分析贵金属组成成分的一种最常用的筛选方法。

关键词：黄金饰品金含量 能量色散型 X 射线荧光分析仪

黄金饰品是珠宝市场上重要的种类之一，由于黄金饰品的贵重性，对金含量和外观都有指标要求。检测时要求做到非破坏，及时，准确。火试金法和化学方法检测黄金样品的金含量具有很好的准确性，但也具有破坏性、非经济性、非环保性、非及时性等不利因素，不能广泛适应黄金饰品的测试要求。GB/T18043-2013《首饰贵金属含量的测定 X 射线荧光光谱法》，规定了应用 X 射线荧光光谱法检测贵金属首饰及制品的方法要求，该方法为无损分析法，分析效率、经济性、环保性优于化

学分析方法。X 射线荧光光谱法分析黄金饰品中的金含量成为了黄金含量检测行业中最主要的检测方式。根据《GB 11887-2012 首饰贵金属纯度的规定及命名方法》，珠宝市场上黄金饰品最常见的种类为足金（≥990‰）、18K 金（≥750‰）。实验选取的黄金验证样品金含量，对应匹配以上常见黄金种类含量。验证样品包含其他标准体系黄金足金标准样品、黄金企业生产线实物样品，通过验证样品进行分析比对，验证分析方法的可靠性。

实验部分

1.1 仪器

岛津 EDX-7000 能量色散型 X 射线荧光分析仪。

1.2 分析条件

靶材：Rh

滤光片：5#

准直器：3 mm

电压：50 kV

电流：Auto

分析时间：20 s

分析元素：Au、Ag、Cu、Ni、Zn 等

共存元素：重叠校正

1.3 样品

1.3.1 标准样品

沈阳冶炼厂研制黄金标准样品，样品编号及元素组成和含量如下：

表1 黄金标准样品元素含量

	Au	Ag	Cu	Ni	Zn
GBW02751	99.994				
GBW02753			99.99		
GBW02754a	99.6	0.203	0.207		
GBW02755a	98.98	0.517	0.508		
GBW02757a	96.00	1.96	2.03		
GBW02758a	91.69	3.31	3.40	0.522	1.02
GBW02769a	83.20	6.81	6.91	1.03	1.99
GBW02770a	75.00	14.86	4.01	2.04	4.00
GBW02771a	66.60	3.35	19.96	4.04	6.05
GBW02772a	54.99	26.89	15.97	1.51	0.516
GBW02773a	41.59	20.50	31.84	3.00	2.98
GBW02774a	35.00	9.01	40.01	8.00	7.94

1.3.2 试样

足金标准样品：国土资源部珠宝玉石首饰管理中心深圳珠宝研究所研制，国家标准样品编号及批号为 GSB04-3266-2015，使用到的样品号为 SZB101~SZB108。

黄金实物样品：知名珠宝生产商生产工厂，实验室，生产线抽取实物黄金饰品样品，EDX-7000 完成测试后，再进行实验室日常火试金测试。

1.4 样品前处理

样品表面清洁，无需特别处理。

结果讨论

2.1 工作曲线

黄金分析条件设置优化参数，使用沈阳冶炼厂出产黄金标准样品，在分析条件登记元素含量，使用分析条件测试元素强度。共存元素重叠校正的设置：由于共存元素谱峰重叠的影响，分析条件中设置了 Au 对 Cu，Au 对 Zn，Cu 对 Zn 重叠校正，使用纯金属求得对应的重叠校正系数。分析元素工作曲线如下图：

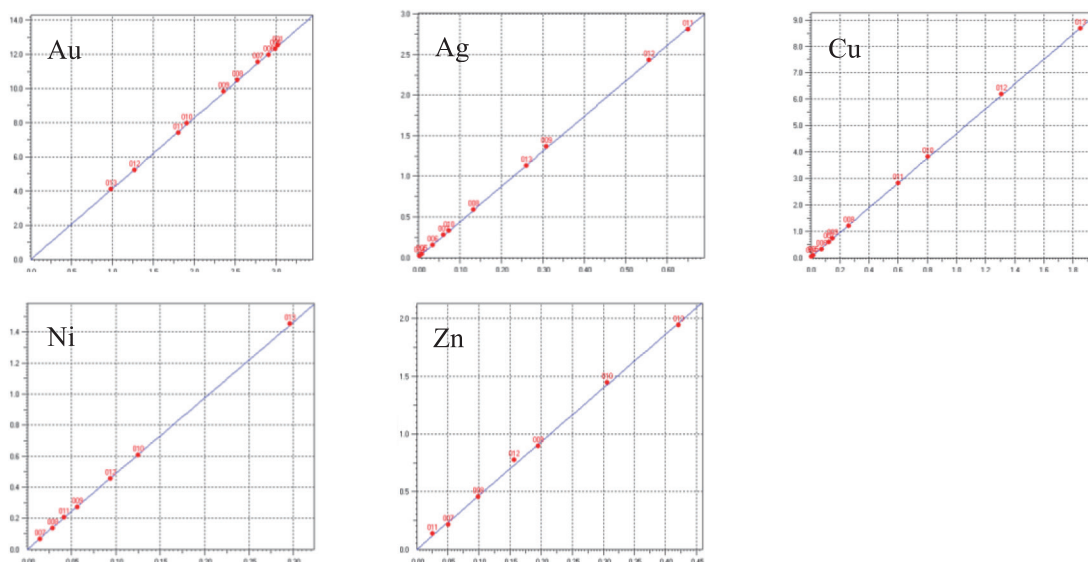


图1 分析元素校正曲线

2.2 精密度实验

分别选取标准样品中的高中低金含量的样品，重复测试 10 次做精密度，精密度实验如下表，实验数据显示黄金分析条件分析精密度良好。

表2 黄金样品精密度实验结果

	Au	Ag	Cu	Ni	Zn
Au04(01)	99.534	0.249	0.203		
Au04(02)	99.618	0.199	0.182		
Au04(03)	99.579	0.207	0.199		
Au04(04)	99.548	0.249	0.200		
Au04(05)	99.551	0.227	0.211		
Au04(06)	99.572	0.221	0.194		
Au04(07)	99.625	0.188	0.182		
Au04(08)	99.573	0.212	0.202		
Au04(09)	99.572	0.207	0.216		
Au04(10)	99.539	0.226	0.201		
AVE	99.571	0.219	0.199		
Std	0.031	0.020	0.011		
CV	0.031	9.169	5.469		

	Au	Ag	Cu	Ni	Zn
Au750(01)	74.910	15.224	4.005	1.997	3.856
Au750(02)	75.135	15.046	3.978	1.937	3.903
Au750(03)	74.930	15.129	4.010	2.010	3.921
Au750(04)	74.876	15.161	4.019	1.992	3.941
Au750(05)	75.124	14.984	3.991	1.991	3.905
Au750(06)	75.051	15.029	3.992	2.005	3.913
Au750(07)	74.893	15.100	4.010	2.019	3.968
Au750(08)	75.170	14.998	3.951	2.016	3.862
Au750(09)	75.059	15.074	3.972	1.977	3.905
Au750(10)	74.983	15.092	3.978	1.970	3.974
AVE	75.013	15.084	3.991	1.991	3.915
Std	0.109	0.074	0.021	0.025	0.039
CV	0.145	0.493	0.528	1.247	0.994

	Au	Ag	Cu	Ni	Zn
Au3500(01)	35.268	8.948	39.881	7.985	7.919
Au3500(02)	35.380	8.855	39.843	7.95	7.972
Au3500(03)	35.334	8.937	39.870	7.902	7.958
Au3500(04)	35.233	9.016	39.832	8.056	7.862
Au3500(05)	35.425	8.831	39.912	7.879	7.953
Au3500(06)	35.362	8.794	39.925	7.985	7.935
Au3500(07)	35.281	8.998	39.803	7.978	7.941
Au3500(08)	35.321	9.017	39.718	8.026	7.917
Au3500(09)	35.440	8.921	39.756	7.943	7.941
Au3500(10)	35.377	8.891	39.848	7.945	7.939
AVE	35.342	8.921	39.839	7.965	7.934
Std	0.068	0.078	0.065	0.053	0.03
CV	0.191	0.873	0.164	0.669	0.38

2.3 准确度实验

在 EDX-7000 上, 使用曲线校正后的黄金分析条件, 分析足金标准样品, 比对黄金分析条件检测效果。样品编号为 SZB101~SZB108, 含量范围为 99.89%~98.606%, 分析结果比对如下表。

表3 黄金足金标准样品准确度检测结果

样品号	检测方法	Au	Ag	Cu	Ni	Zn
SZ101	EDX-7000	99.890	0.110	0.000	0.000	0.000
	化学	99.89	0.1			
SZ102	EDX-7000	99.835	0.112	0.053	0.000	0.000
	化学	99.78	0.1	0.11		
SZ103	EDX-7000	99.669	0.006	0.325	0.000	0.000
	化学	99.59		0.39		
SZ104	EDX-7000	99.444	0.402	0.154	0.000	0.000
	化学	99.39	0.4	0.2		
SZ105	EDX-7000	99.215	0.609	0.176	0.000	0.000
	化学	99.19	0.6	0.21		
SZ106	EDX-7000	99.074	0.199	0.726	0.000	0.000
	化学	98.99	0.19	0.8		
SZ107	EDX-7000	98.823	0.988	0.190	0.000	0.000
	化学	98.79	0.99	0.21		
SZ108	EDX-7000	98.606	0.814	0.580	0.000	0.000
	化学	98.6	0.8	0.61		

在 EDX-7000 上, 使用曲线校正后的黄金分析条件, 检测工厂实物黄金饰品样品, 无损检测完成后, 送样做火试金测试, 依据方法为 GB/T9288-2006《金合金首饰金含量的测定灰吹法(火试金法)》。EDX-7000 分析金含量结果与火试金方法分析结果比较如下表。

表4 黄金饰品样检测结果

样品名称	5001	5004	5005	5014	5015	5018	5019	5021
EDX	75.878	75.684	76.018	75.412	75.191	75.554	75.457	76.044
火试金	76.01	75.71	76.14	75.51	75.30	75.53	75.52	75.98
误差	0.132	0.026	0.122	0.098	0.109	-0.024	0.063	-0.064

■ 结论

岛津 X 射线荧光分析仪 EDX-7000，创建和优化黄金成分分析条件，使用黄金标准样品校正分析元素的曲线。校正后的黄金分析条件，分析黄金饰品中的金含量，具有分析时间短，稳定性好，准确度高，非破坏性的优点，适用于黄金饰品中主次量组成元素的成分分析。