

# EDX 在镀金液分析中的应用

EDX-054

**摘要：** 电镀和化学镀金液中金的含量对金镀层的质量起决定性作用。本文使用能量色散型 X 射线荧光光谱建立了镀金液中 Au 元素的分析方法，快捷方便，可替代常规的化学分析。

**关键词：** X 射线荧光 镀金液 定量分析

近年来，随着电镀技术的进步，镀金工艺又有了新的突破，尤其在电子工业得到了广泛的应用。

镀金液主要分为氰化亚金钾型和非氰化物型以及用于化学沉积的化学镀金液。镀金液主要包括主盐、导电盐、缓冲剂、络合剂、添加剂等成分，主盐指含有沉积金属的盐类，提供电沉积金属的离子，它以络合离子形式或水化离子形式存在于电镀液中；主盐的浓度越高电流效率会越高，金属的沉积速度也会越快，因此主盐浓度要控制在工艺要求的范围内，并与其他成分维持恰当的比例。

此外，镀金液中金的含量还影响着金镀层的形貌和耐腐蚀性等重要指标，是电镀工业中十分重要的分析项目。常用镀金液的分析方法为原子吸收光谱法以及电感耦合等离子体发射光谱法，涉及样品的稀释、定容等前处理操作，且镀金液成分复杂，常常存在一定的干扰影响。本文使用能量色散型 X 射线荧光光谱（EDX）对镀金液中的金元素进行了分析，得到了良好的分析效果，可以满足分析要求。由于 EDX 无需制样，操作灵活方便，该方法可以成为现有化学分析方法的有力补充。

## ■ 实验部分

### 1.1 仪器

岛津 EDX-LE Plus 能量色散型 X 射线荧光光谱仪。



### 1.2 仪器参数

靶材：Rh

电压：50 kV

氛围：大气

滤光片：4#

积分时间：100 s

内标修正：on

### 1.3 校准样品

使用经 ICP-OES 准确分析的结果作为参考值，建立标准曲线，各校准样品参考值见表 1。

表 1 校准样品中 Au 的参考值

单位：ppm

编号	1#	2#	3#	4#	5#	6#	7#	8#	9#	10#
化学值	1325	2905	4953	7000	471	1265	2140	573	1200	3115

### 1.4 样品制备或样品前处理

溶液样品，装至带有聚丙烯膜的样杯中进行分析。



图1 样品测试状态示意图

## ■ 结果与讨论

### 2.1 测试结果

首先对4#、7#、10# 样品进行定性分析，谱图如图2。三个样品中主要含有 K、Au、Co 元素，7# 和 10# 还检测到微量的 Cl、Ni 和 Fe 等元素。氰化亚金钾型镀金液中 K 元素与 Au 共存，是重要的功能成分；钴盐和镍盐等添加剂的加入可以提高镀金层的耐磨性，因此，Co、Ni、Fe 可能由添加剂引入。

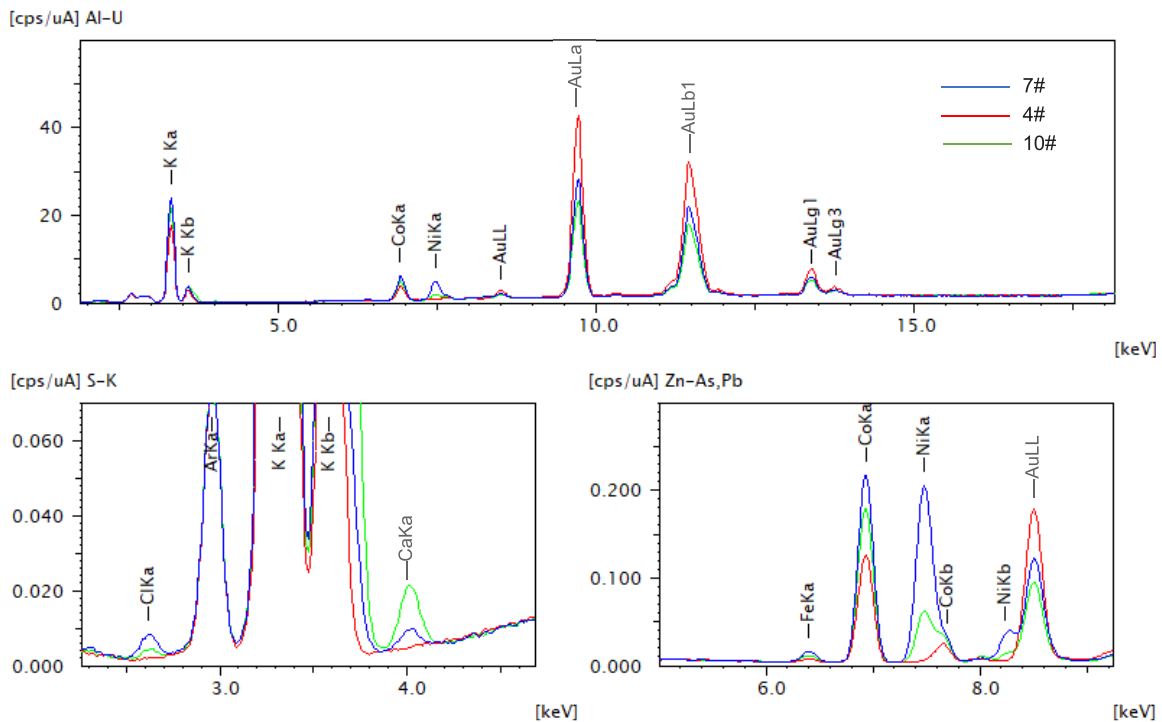


图2 样品定性分析谱图

### 2.2 标准曲线

使用1.3中校准样品建立标准曲线。首先尝试净强度曲线，由于各溶液中添加剂含量不同且 Au 含量跨度大，因此该曲线在高含量端出现弯曲，无法得到良好的校准效果，如图3。使用内标修正功能对基体的变化进行修正后，得到了理想的标准曲线，如图4，该曲线线性相关系数  $R^2=0.9998$ 。

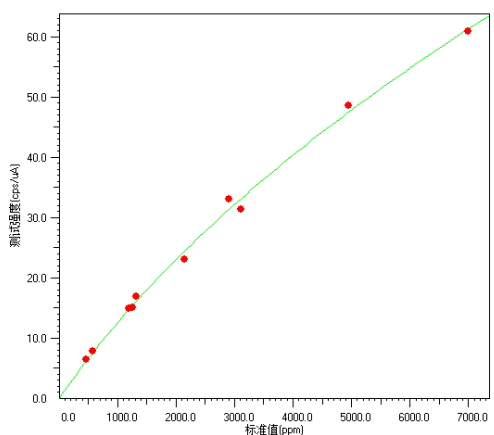


图3 净强度趋势曲线

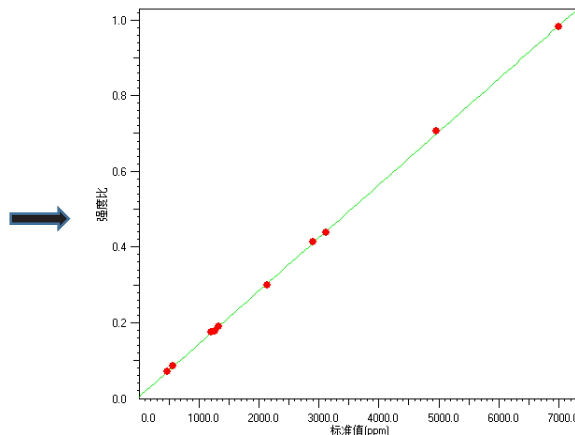


图4 内标校正标准曲线

### 2.3 准确度和重复性

取 1000 ppm 的化学分析用 Au 元素标准溶液以 EDX 标准曲线法进行分析，进行准确度评估，测得结果为 952 ppm，误差在 5% 以内。

分别对 2#、6# 和 9# 样品做 6 次重复性考察，结果见表 2。

	2#	6#	9#
化学值	2905	1265	1200
平均值	2905	1230	1216
标准偏差 s	3.1	3.0	2.5
RSD(%)	0.11	0.25	0.21

### 2.4 溶液深度对结果的影响

采用校准的 Au 工作曲线分析样品，并研究了样品杯中溶液深度对测试结果的影响，分析结果见表 3。结果表明，随着溶液深度的降低，测试结果偏差增大，保证溶液深度在 6 mm 以上时，误差在 5% 以内。

	溶液深度 (mm)							
	2	3	4	5	6	8	10	12
测试值	1762	1616	1507	1429	1384	1348	1324	1307
化学值	1325	1325	1325	1325	1325	1325	1325	1325
误差 (%)	33.0	22.0	13.7	7.8	4.5	1.7	-0.08	-1.4

## ■ 结论

使用岛津 EDX-LE Plus 建立了镀金溶液中 Au 含量的定量分析方法，并考察了溶液深度对测试结果的影响。该方法校准曲线相关系数为 0.9998，重复测试 RSD 小于 0.5%。EDX 分析无需样品前处理，灵活便捷，定量分析具有良好的准确度和稳定性，该方法可以成为现有化学分析方法的有力补充。

岛津应用云

