

贵金属 (Au/Ag/Pt/Pd) 含量的测定 (SOP)

标准号: GB/T 18043-2013

■ 参考标准

中华人民共和国国家标准 GB/T 18043-2013 《首饰 贵金属含量的测定 X 射线荧光光谱法》。

■ 方法概述

2.1 方法编制说明

本方法参考 GB/T 18043-2013 《首饰 贵金属含量的测定 X 射线荧光光谱法》制定。

2.2 方法使用范围

本方法确定了 Au 合金、Ag 合金、Pt 合金、Pd 合金等四种基体中共 17 种元素含量的检测。

■ 方法原理

贵金属样品的构成元素经过光源 X 射线激励后, 发出特征的荧光 X 射线, 经过仪器检测系统对接收到信号的处理, 在分析软件中形成谱图, 横坐标单位为能量, 纵坐标单位是强度。元素的种类与能量相关, 元素的含量与荧光 X 射线的强度之间存在着线性函数关系, 可用标准物质校准计算得到函数关系式, 未知样测试出强度即可依据校准的函数关系式计算出含量。

■ 标准样品

金合金标准样品、银合金标准样品、铂合金标准样品、钯合金标准样品。

■ 仪器设备

本方法以岛津 EDX-7000 仪器为例列举, EDX-LE Plus 操作方法亦相同。

■ 操作步骤

6.1 样品前处理

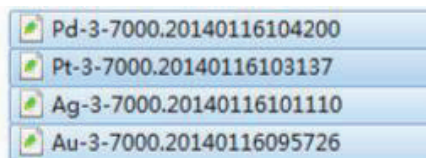
样品分析面需要保持平整清洁, 必要时可用无水乙醇作清洁处理。

6.2 参考条件

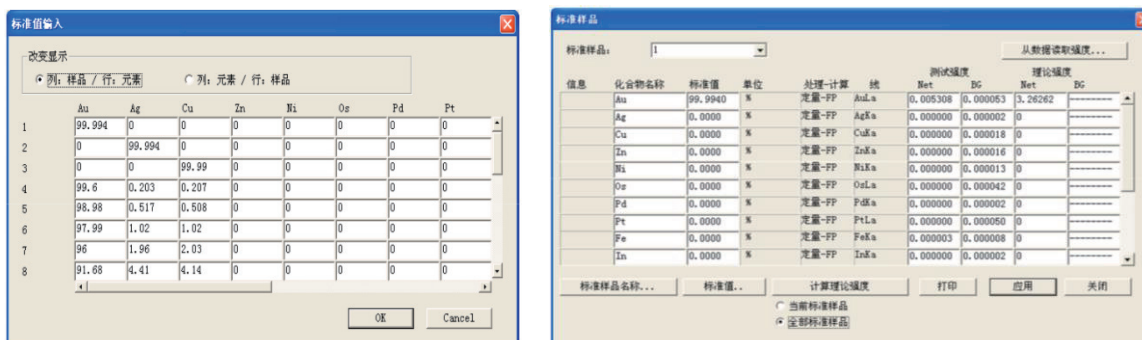
气氛: 大气	准直器: 3 mm
靶材: Rh	电压: 50 keV
电流: 自动	时间: 100 s (标准) / 20 s (快速)
滤光片: 5#	DT: 30%

6.3 操作过程

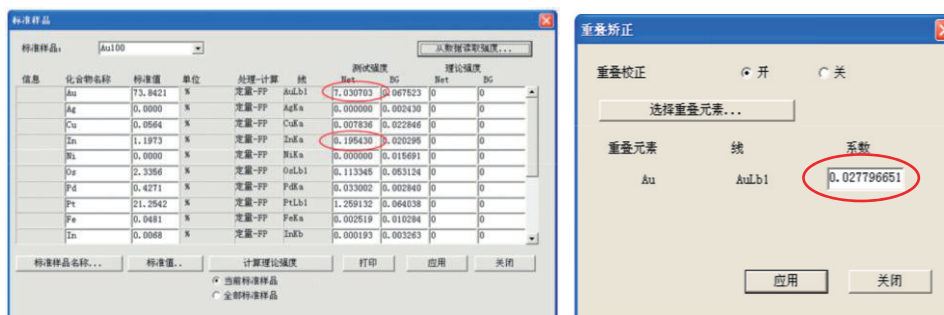
6.3.1 拷贝贵金属分析条件模板粘贴至 C:\pcedx\user\grpqn 目录下。EDX-7000 分析贵金属条件有 4 个, 分别为 Au-3-7000、Ag-3-7000、Pt-3-7000、Pd-3-7000。



6.3.2 打开分析条件，登记标准样品信息，再选择全部标准样品，点击计算理论强度，计算出样品已登记含量元素的理论强度。



6.3.3 分析纯金属样品计算重叠系数，如下图所示，求出 Au 对 Zn 的重叠系数。计算方法为 $Au \rightarrow Zn$ 的重叠系数 = $0.195430/7.030703=0.027796651$ ，并将重叠系数填入各分析条件中，保存分析条件。



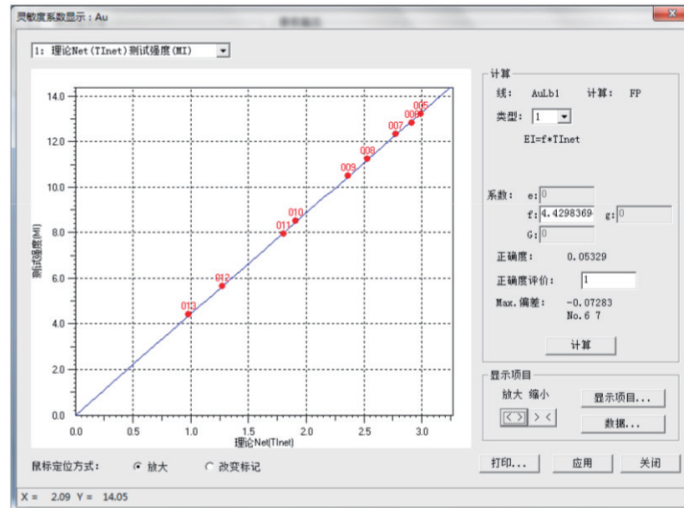
贵金属重叠元素参考列表如下图所示，重叠系数在基材不同时需要重新分析和计算。

重叠元素 分析元素	Au基体			Ag基体		Pt基体				Pd基体			
	Au	Cu	Ni	Cu	Ni	Pt	Cu	Pd	Ru	Pt	Cu	Pd	Ru
Cu	✓		✓		✓	✓				✓			
Zn	✓	✓		✓		✓	✓			✓	✓		
Os	✓												
Pd	✓												
Pt	✓												
Fe		✓		✓				✓				✓	
Co													
Mn													
Cd	✓												
Ir						✓							
Au						✓				✓			
Ag						✓		✓	✓	✓		✓	✓
Pb						✓				✓			
Ni						✓							

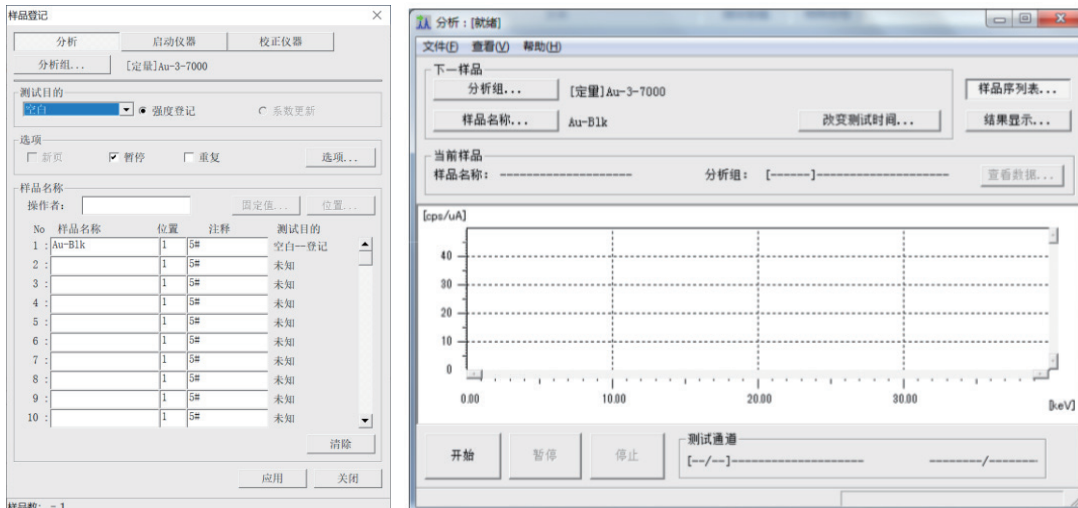
6.3.4 分别在分析条件中登记对应的贵金属标准样品的强度。



6.3.5 分析条件中校准元素灵敏度系数的计算。



6.3.6 分别在分析条件中以纯物质登记空白样品的强度，从样品列表进入样品登记界面，选择目标分析组，从测试目的中选择空白选项。

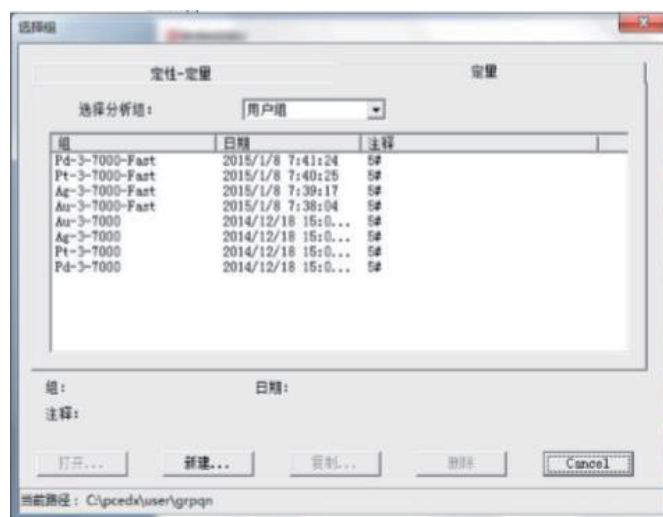


6.3.7 有价值贵金属样品的验证分析，可以使用贵金属标准样品进行验证分析。



分析物	结果	[3-sigma]	处理-计算	线	强度
Au	74.971 %	[0.489]	定量-PP	AuLb1	10.4725
Ag	15.020 %	[0.267]	定量-PP	AgKa	1.4728
Cu	4.043 %	[0.096]	定量-PP	CuKa	0.7770
Ni	2.006 %	[0.077]	定量-PP	NiKa	0.2993
Zn	3.953 %	[0.071]	定量-PP	ZnKa	0.9827
Pt	0.000 %	[0.198]	定量-PP	PtLb1	0.0000
Pd	0.000 %	[0.042]	定量-PP	PdKa	0.0000
Ru	0.000 %	[0.088]	定量-PP	RuKa	0.0000
Ir	0.000 %	[0.043]	定量-PP	IrLb1	0.0000
Os	0.000 %	[0.106]	定量-PP	OsLb1	0.0000
Fe	0.000 %	[0.033]	定量-PP	FeKa	0.0000
Co	0.002 %	[0.021]	定量-PP	CoKa	0.0002
In	0.000 %	[0.070]	定量-PP	InKb	0.0000
Mn	0.000 %	[0.034]	定量-PP	MnKa	0.0000
Cd	0.000 %	[0.037]	定量-PP	CdKa	0.0000
Sn	0.000 %	[0.074]	定量-PP	SnKb	0.0000
Pb	0.003 %	[0.036]	定量-PP	PbLb1	0.0003

6.3.8 拷贝制作快速分析条件，将原有的分析条件分别拷贝粘贴，并打开分析条件将分析时间更改为 20s，保存分析条件为 Au/Ag/Pt/Pd 的快速分析条件，如 Au-7000-Fast。



组	日期	注释
Pd-3-7000-Fast	2015/1/8 7:41:24	5#
Pt-3-7000-Fast	2015/1/8 7:40:25	5#
Ag-3-7000-Fast	2015/1/8 7:39:17	5#
Au-3-7000-Fast	2015/1/8 7:38:04	5#
Au-3-7000	2014/12/18 15:0...	5#
Ag-3-7000	2014/12/18 15:0...	5#
Pt-3-7000	2014/12/18 15:0...	5#
Pd-3-7000	2014/12/18 15:0...	5#

6.3.9 Au 合金、Ag 合金、Pt 合金、Pd 合金分析条件，分别按照以上的操作过程步骤单独进行校准。

岛津应用云

