



中华人民共和国国家标准

GB/T 17362—1998

黄金饰品的扫描电镜 X 射线 能谱分析方法

Nondestructive method of X-ray EDS
analysis with SEM for gold jewelry



1998-05-08 发布



C9900586

1998-12-01 实施

国家质量技术监督局 发布

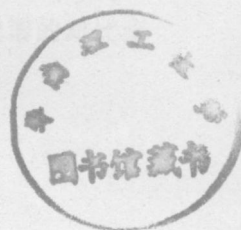
前 言

该标准无国际标准,为首次制定的我国国家标准。本标准规定了扫描电镜 X 射线能谱仪对黄金饰品进行无损定量分析的技术要求和规范,适用于各种纯金饰品和 K 金饰品含金量的测定。

本标准由全国微束分析标准化技术委员会提出并负责技术归口。

本标准由中国有色金属工业总公司北京有色金属研究总院、核工业部北京地质研究院、冶金部北京钢铁研究总院共同负责起草。

本标准主要起草人:刘安生、张宜、毛永静。



中华人民共和国国家标准

黄金饰品的扫描电镜 X 射线 能谱分析方法

GB/T 17362—1998

Nondestructive method of X-ray EDS
analysis with SEM for gold jewelry

1 范围

本标准规定了用扫描电镜的 X 射线能谱仪,对黄金饰品金含量进行无损的定量分析方法的技术要求和规范。本标准适用于对各种纯金饰品和 K 金饰品含金量的测定,也可适用于各种镀金、包金、锻压金等表面含金层厚度大于 $3\text{ }\mu\text{m}$ 的饰品表面层含金量的测定。本标准也适用于电子探针 X 射线能谱仪对黄金饰品的分析。

2 引用标准

下列标准所包含的条文,通过在本标准中引用而构成为本标准的条文。本标准出版时,所示版本均为有效。所有标准都会被修订,使用本标准的各方应探讨使用下列标准最新版本的可能性。

GB/T 4930—93 电子探针分析标准样品通用技术条件

GB/T 15074—94 电子探针定量分析方法通则

GB/T 17359—1998 电子探针和扫描电镜 X 射线能谱定量分析方法通则

3 分析方法原理

在扫描电镜中,当具有一定能量并被聚焦的电子束轰击样品时,被照射区发射出各个元素的特征 X 射线,利用半导体探测器对不同能量的 X 射线进行色散的特性,对接收的信号进行放大、处理和分析,可获得各元素的特征 X 射线峰的能量分布及其强度值,再通过与相应的标准样品的 X 射线谱的对比测定,以及修正计算处理,最终可以获得被测样品的化学组成的定量分析结果。

4 仪器和材料

- 4.1 扫描电子显微镜。
- 4.2 X 射线能谱仪。
- 4.3 超声波清洗器。
- 4.4 无水乙醇,丙酮。
- 4.5 电吹风机。
- 4.6 K 金标样一套。

5 标准样品

- 5.1 黄金饰品通常只含有金、银、铜三种元素,在有些情况下,还可能含有锌、镍、镉等元素。
- 5.2 标准样品的选择原则。

- 5.2.1 对 $Au > 75\%$ 时,用 Au 标样($Au > 99.99\%$)。
- 5.2.2 对 $Au < 75\%$ 时,采用 18K 金标样。
- 5.2.3 对 Ag、Cu、Ni、Cd、Zn 等采用全国微束分析标准化技术委员会推荐的纯元素标样。

6 试样

- 6.1 首先将黄金饰品试样表面作净化处理,放入盛有无水乙醇或丙酮溶液的烧杯中,置于超声波清洗器中进行超声清洗 5 min,取出用电吹风机吹干。
- 6.2 对各类不同的黄金饰品建议选用下列表面,作为分析表面:
- 戒指和耳环:环的外表面或侧面。
 - 手镯:环的侧面。
 - 项链、手链:将其盘绕成一盘状。
 - 耳坠、项坠、领花、胸花和各种形状复杂的饰品:选用最大的平整表面。
 - 金质纪念币:任选币的正、反面平整部分。
- 对镶嵌有玉石、宝石等非金属饰品的首饰,应尽量避免这些镶嵌物和焊接点,选用最大的平整表面。
- 6.3 试样装入所用仪器的样品座内,调节分析面尽量与样品座上表面取平,试样要固定牢固,不能晃动(最好用双面导电胶带固定)。并要与样品台保持良好的导电通路。

7 测量条件的选择

- 7.1 加速电压应选择 25 kV。
- 7.2 调节电子束入射束流的大小,通常为 $1 \times 10^{-9} \sim 3 \times 10^{-10} A$,保证 X 射线总计数率在 2 000 ~ 3 000 cps 范围内,死时间 $< 30\%$ 。
- 7.3 被分析特征 X 射线系的选择。
- 7.3.1 推荐采用的线系:
- Au:采用 M 线系;Ag、Cd:采用 L 线系;Cu、Zn、Ni 等:采用 K 线系
- 7.4 计数时间设定应满足分析精密度的要求,应使全谱总计数量 $> 200\,000$,一般为 100 s。
- 7.5 经常检查 X 射线探测器的窗口污染程度。
- 7.5.1 检查时可应用某一纯元素样品的高、低能量的 X 射线峰值强度比值来估算(如 Cu 的 $K\alpha$ 与 $L\alpha$ 谱峰之比值)。
- 7.5.2 要经常保持探测器窗口清洁,当污染严重影响 X 射线的强度时应及时清洗窗口。
- 7.5.3 当污染影响 X 射线的强度不太严重时,可通过增加 X 射线探测器的窗口厚度值参数进行修正。

8 测量分析步骤

- 8.1 在低放大倍数(≤ 50 倍)下的扫描图像上来确定分析部位,先使电子束聚焦,并保持图像清晰,把电子束束斑调到观察荧光屏的中心位置上。并使分析部位位于荧光屏的中心位置上。应选取无划痕或划痕较少的部位进行分析。
- 8.2 在寻找标样和试样时只移动 X、Y、Z 轴,而不再调整电子光学系统(包括物镜聚焦)。
- 8.3 定性分析:
- 选用加速电压(25 kV)和计数时间(100 s),在低放大倍数(≤ 50 倍)下作选区扫描或将电子束斑直径放大到 $50\,\mu m$ 进行定点分析,收谱并分析试样中所含元素的种类和大致含量的高低。
- 8.4 定量分析:
- 8.4.1 建立标准样品数据库。
- 8.4.1.1 调入 X 射线能谱定量分析程序,根据定性分析的结果,选择合适的标准样品。在尽可能完全一致的测量条件下(束流、加速电压、计数时间、放大器的增益、束斑大小、选区扫描的放大倍数、选区的

面积)和 X 射线接收几何条件下(检出角、工作距离)收集标准样品的 X 射线能谱。

8.4.1.2 对每个标准样品的 X 射线谱中选定的被测元素峰进行编辑。

8.4.1.3 根据被分析试样的元素种类,挑选进行过编辑的标准样品的 X 射线谱,编辑并建立分析不同试样的标准样品数据文件。

8.4.2 收集试样的定量分析用 X 射线能谱,选用与建立标样数据库完全一致的测量条件进行谱的收集。

8.4.3 计算各元素的特征 X 射线相对强度比。

8.4.4 进行修正计算,修正的基本方法见 GB/T 15074,获得 Au 含量和其他元素含量值。

8.5 在每个样品上,任取三个不同部位进行分析,取平均值作为分析结果。

9 方法准确度

9.1 纯金饰品:允许分析总量误差 $\leq \pm 0.3\%$ 。

9.2 K 金饰品:允许分析总量误差 $\leq \pm 2\%$ 。

9.3 在满足 9.1,9.2 的条件下,允许使用归一化值作为定量分析的最终结果。

10 分析结果的发布

分析报告应明确标明所测黄金饰品的名称、含金量,并说明符合何种黄金饰品,黄金饰品分类见表 1。

表 1 黄金饰品分类

黄金饰品类别	24K	足金	22K	21K	20K	18K	14K	12K	10K	9K	8K
含金量 Au,%	≥ 996	≥ 990	≥ 917	≥ 875	≥ 833	≥ 750	≥ 583	≥ 500	≥ 417	≥ 375	≥ 333
注: 24K 理论含金量为 100%,1K 含金量为 $100\% \times 1/24 = 4.166\%$ 。											

中 华 人 民 共 和 国
国 家 标 准
黄金饰品的扫描电镜 X 射线
能谱分析方法

GB/T 17362—1998

*

中国标准出版社出版
北京复兴门外三里河北街 16 号

邮政编码:100045

电 话:68522112

中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷
新华书店北京发行所发行 各地新华书店经售
版权专有 不得翻印

*

开本 880×1230 1/16 印张 1/2 字数 7 千字
1998 年 9 月第一版 1998 年 9 月第一次印刷
印数 1—1 000

*

书号: 155066·1-15163 定价 6.00 元

*

标 目 347—50