ICS 71.040.99
N 53

中华人民共和国国家标准

GB/T 17363.1—2009
代替 GB/T 17363—1998

黄金制品金含量无损测定方法 第1部分:电子探针微分析法

Nondestructive mensuration of gold content in the gold products—Part 1:Method of electron probe microanalysis

2009-03-19 发布　　2009-12-01 实施

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局
中国国家标准化管理委员会　发布

前　言

《黄金制品金含量无损测定方法》分为两个部分：

——第1部分：电子探针微分析法；

——第2部分：综合测定方法。

本部分为第1部分。

本部分代替GB/T 17363—1998《黄金制品的电子探针定量测定方法》。

本部分与GB/T 17363—1998相比主要变化如下：

——增加了附录A（资料性附录）《原始记录格式》；

——增加了附录B（资料性附录）《测定报告格式》；

——用“准确度”表示测定误差范围，改为用“标准不确定度”表示测定误差范围；

——适用范围中增加了“成分比较均匀的黄金制品”；

——范围条款中增加了“不适用于成分不均匀或有镀层的黄金制品的整体金含量的测定”；

——“重量百分数”改为“质量分数”。

本部分的附录A和附录B为资料性附录。

本部分由全国微束分析标准化技术委员会提出并归口。

本部分起草单位：上海理工大学、同济大学、上海元宝能源技术有限公司、地矿部矿产综合利用研究所、地科院矿产资源研究所、上海市计量测试技术研究院、有色金属总公司矿产地质研究院。

本部分主要起草人：张训彪、卢德生、邓保庆、毛水和、周剑雄、丁臻敏、刘悦、庄世杰。

本部分所代替标准的历次版本发布情况为：

GB/T 17363—1998。

黄金制品金含量无损测定方法 第1部分:电子探针微分析法

1 范围

GB/T 17363的本部分规定了用电子探针波谱仪测定黄金制品中主元素含量的方法。

本部分适用于测定成分比较均匀的黄金制品。也适用于测定厚度大于3 μm的镀金或包金制品的表层金含量。

本部分不适用于成分不均匀或有镀层的黄金制品整体金含量的测定。

2 规范性引用文件

下列文件中的条款通过本部分的引用而成为本部分的条款。凡是注日期的引用文件,其随后所有的修改单(不包括勘误的内容)或修订版均不适用于本部分,然而,鼓励根据本部分达成协议的各方研究是否可使用这些文件的最新版本。凡是不注日期的引用文件,其最新版本适用于本部分。

GB/T 4930 微束分析 电子探针分析 标准样品技术条件导则

JJG 901 电子探针分析仪国家计量检定规程

JJF 1001—1998 通用计量术语及定义

3 术语和定义

JJF 1001—1998及下列术语和定义适用于本部分。

3.1

表层金含量

有些制品表面有镀层或包层。镀层或包层的金含量称为“表层金含量”。

3.2

单质

由一种元素组成的物质称为“单质”。如:纯金、纯银、纯铜等。

3.3

质量分数

样品中某种元素的质量除以样品的质量得到的数值,用百分数表示。

4 基本原理

在不改变电子探针微分析仪工作状态的条件下,分别测定被测黄金制品和标准物质的电子激发区发出的特征X射线强度,并计算出有关元素的特征X射线强度的 k 比值,然后进行ZAF修正计算,获得黄金制品中金及其他主要元素的质量分数。

5 仪器和器材

5.1 仪器

5.1.1 电子探针分析仪:根据JJG 901检定合格。

5.1.2 正置立式金相显微镜:放大倍率大于300倍。

5.2 器材

5.2.1 微型抛光机:抛光区域为毫米级。

5.2.2 乙醇:化学纯。

5.2.3 乙醚:化学纯。

6 标准物质

6.1 优先选用国家级的有证标准物质。

6.2 在没有国家级的有证标准物质的情况下,可选用符合 GB/T 4930 的标准物质。

6.3 尽可能选用与被测黄金制品元素含量接近的标准物质。

7 被测黄金制品的预处理

7.1 选取平整光滑的小平面作为测定点。

7.2 如果没有光滑的小平面,一般可以通过抛光创造三个光滑的小平面。

7.3 用乙醇或乙醚将三个小平面擦洗干净。

8 测定条件

8.1 特征 X 射线和分光晶体

8.1.1 对于元素 Au,可选用 Au Lα 线(0.127 6 nm)与 LiF 晶体,或选用 Au Mα 线(0.583 9 nm)与 PET 或 ADP 晶体。

8.1.2 对于元素 Ag,宜选用 Ag Lα 线(0.415 4 nm)与 PET 或 ADP 晶体。

8.1.3 对于元素 Cu,宜选用 Cu Kα 线(0.154 1 nm)与 LiF 晶体。

8.2 加速电压

8.2.1 如果选用 Au Mα 作为分析线,则加速电压宜选择为 20 kV。

8.2.2 如果选用 Au Lα 作为分析线,则加速电压宜选择为 25 kV。

8.3 电子束的电流和直径

8.3.1 通常电子束电流值为$(1.5\sim2.0)\times10^{-8}$ A,以使主元素 Au 的计数率达 2 000 cps 左右。

8.3.2 根据元素分布的均匀性选取电子束的直径,均匀性差,电子束的直径应大一些,一般电子束直径应为(10～40)μm。

8.4 背底测定位置

分别在偏离分析谱线中心位置±0.01 nm 处测量,其计数率平均值即为背底强度。

8.5 计数时间

对于常规元素,含量>1%的计数时间应为(10～20)s;含量≤1%的计数时间应为≥40 s。

9 测定操作

9.1 电子枪灯丝预热时间 30 min 以上。

9.2 束流波动不超过$\pm2\times10^{-3}$/min。

9.3 用能谱(或波谱)对黄金制品选定部位作定性分析,确定其中元素的种类。

9.4 根据定性分析结果选取标准物质。

9.5 测定标准物质中有关元素的特征 X 射线峰位和背底的计数率。

9.6 分别进行死时间修正、束流修正、背底和含量修正,从而得到有关元素的特征 X 射线强度。

9.7 将黄金制品的被测定的小平面调整到垂直于电子束的方向。

9.8 不改变电子探针的分析条件,按照 9.2～9.6 步骤测定出黄金制品选定部位各种元素的特征 X 射线强度。

9.9 通常取三个选定点测定值的平均值为测得值。

10 数据处理

10.1 将黄金制品中各种元素的特征X射线强度，除以标准物质中相应的相当于单质的特征X射线强度，得到相应元素的 k 比值。

10.2 将黄金制品中各种元素的 k 比值进行ZAF修正，得到黄金制品中各元素的质量分数。

10.3 在确认无漏测元素且总量误差不超过±3%的条件下，可以进行归一化处理。

11 不确定度

金含量测定的标准不确定度≤1%。

12 测定结果

12.1 原始记录

12.1.1 原始记录要求：图像应清晰，记录应清楚、准确、及时。

12.1.2 原始记录格式：见附录A。

12.2 测定报告

12.2.1 测定报告要求：测定报告应简明、扼要。

12.2.2 测定报告格式：见附录B。

附 录 A
（资料性附录）
原始记录格式

原 始 记 录

1 委托者名称：_____地址：_____

联系方式：_____要求：_____

2 黄金制品的名称：_____型号：_____编号：_____

质量：_____金含量标称值：_____

3 技术依据：_____

4 电子探针型号：_____编号：_____

制造单位：_____电压：_____

电子束的电流：_____直径：_____

5 标准物质名称：_____型号：_____编号：_____

标定值：_____标准不确定度：_____

6 辅助器具：_____

7 黄金制品的元素含量：

7.1 _____ 7.2 _____

7.3 _____ 7.4 _____

7.5 _____ 7.6 _____

_____

8 测定机构：_____

测定人员：_____校验人员：_____测定日期：_____

附 录 B

（资料性附录）

测定报告格式

测 定 报 告

报告编号：_____

1 委托者名称：_____地址：_____

2 黄金制品的名称：_____型号：_____编号：_____

质量：_____金含量标称值：_____

3 技术依据：_____

4 电子探针型号：_____编号：_____

制造单位：_____电压：_____

5 标准物质名称：_____型号：_____编号：_____

标定值：_____标准不确定度：_____

6 辅助器具：_____

7 黄金制品的元素含量：

7.1 _____ 7.2 _____

7.3 _____ 7.4 _____

7.5 _____ 7.6 _____

_____

8 测定人员：_____校验人员：_____

测定日期：_____审批人员：_____

9 测定机构：

名 称：_____地 址：_____

联系方式：_____

10 授权机构：_____授权证书编号：_____

中 华 人 民 共 和 国
国 家 标 准
黄金制品金含量无损测定方法
第 1 部分:电子探针微分析法
GB/T 17363.1—2009
*
中国标准出版社出版发行
北京复兴门外三里河北街 16 号
邮政编码:100045
网址 www.spc.net.cn
电话:68523946 68517548
中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷
各地新华书店经销
*
开本 880×1230 1/16 印张 0.75 字数 11 千字
2009 年 5 月第一版 2009 年 5 月第一次印刷
*
书号:155066·1-37010 定价 16.00 元

如有印装差错 由本社发行中心调换
版权专有 侵权必究
举报电话:(010)68533533

GB/T 17363.1-2009

打印日期:2009年10月19日