

- 3) 将截取的样品置于衡重的坩埚(C. 3. 6)中;
- 4) 用长柄不锈钢钳(C. 3. 7)将坩埚(C. 3. 6)置于炉内约 20 min 以上(约 1 g, 视样品的质量延长在炉内的时间)。

C. 4. 5 将经熔融的样品在感量 0. 01 mg 的电子天平(C. 3. 1)上称重, 计为(熔融后的质量) m_2 。

C. 4. 6 在轧压机上将熔融后的样品轧制成约 0. 2 mm 的薄片。

C. 4. 7 按照本标准中 6. 3. 5~6. 3. 6 进行测试。

C. 5 结果计算

C. 5. 1 样品的熔融修正系数按式(C. 1)进行计算:

$$k = \frac{m_2}{m_1} \dots\dots\dots (C. 1)$$

式中:

- k —— 熔融修正系数;
- m_1 —— 熔融前的样品质量, 单位为克;
- m_2 —— 熔融后的样品质量, 单位为克。

计算结果保留到小数点后三位。

C. 5. 2 样品的测量结果(多次测量得到的校正值的平均值)乘以熔融修正系数 k , 得到样品的最终测量结果, 以千分数表示, 保留到个位。



中华人民共和国国家标准

GB/T 18043—2013
代替 GB/T 18043—2008

首饰 贵金属含量的测定 X 射线荧光光谱法

Jewellery—Determination of precious metal content—
Method using X-Ray fluorescence spectrometry



GB/T 18043-2013

版权专有 侵权必究
*
书号:155066·1-47984
定价: 18.00 元

2013-12-17 发布

2014-03-01 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

附录 C
(资料性附录)
样品处理方法及结果计算

C.1 适用性

有焊药的样品和测量结果为无法判定的样品,经客户同意可以进行熔融压片的,可用本标准方法检测,样品的处理方法及结果计算可采用本附录的方法进行。

C.2 试剂和材料

除非另有说明,在分析中仅使用确认为分析纯的试剂和去离子水或相当纯度的水。

- C.2.1 1%稀硫酸。
- C.2.2 无水乙醇。
- C.2.3 耐火砖。

C.3 仪器设备

- C.3.1 电子天平:感量 0.01 mg。
- C.3.2 轧片机:能轧出 0.1 mm 的薄片。
- C.3.3 超声波清洗器。
- C.3.4 首饰焊枪。
- C.3.5 高温炉或高频感应电炉:温度范围至少在 1 100 °C 以上。
- C.3.6 坩埚(瓷坩埚或石墨坩埚)。
- C.3.7 长柄不锈钢钳。

C.4 样品处理方法

- C.4.1 样品用水清洗,干燥。
- C.4.2 取样:3.00 g 以下的样品取其全部;3.00 g 以上的样品对称截取其二分之一。
- C.4.3 用电子天平(C.3.1)称重,计为熔融前的质量 m_1 。
- C.4.4 选择采用以下两种熔融方式之一进行样品熔融处理:
 - a) 焊枪熔融
 - 1) 将所取样品卷团置于耐火砖(C.2.3)上;
 - 2) 用首饰焊枪(C.3.4)将样品熔融;
 - 3) 待样品凝固后,趁热浸入 1%稀硫酸(C.2.1)中 5 min~10 min;
 - 4) 取出样品,用水清洗干净表面的酸液,干燥。
 - b) 炉内熔融
 - 1) 将灰吹炉或高频感应电炉(C.3.5)预热;
 - 2) 将坩埚(C.3.6)称重;

中 华 人 民 共 和 国
国 家 标 准
首 饰 贵 金 属 含 量 的 测 定
X 射 线 荧 光 光 谱 法
GB/T 18043—2013

*

中国标准出版社出版发行
北京市朝阳区和平里西街甲 2 号(100013)
北京市西城区三里河北街 16 号(100045)

网址 www.spc.net.cn
总编室:(010)64275323 发行中心:(010)51780235
读者服务部:(010)68523946

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 1 字数 26 千字
2013 年 12 月第一版 2013 年 12 月第一次印刷

*

书号:155066·1-47984 定价 18.00 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)68510107

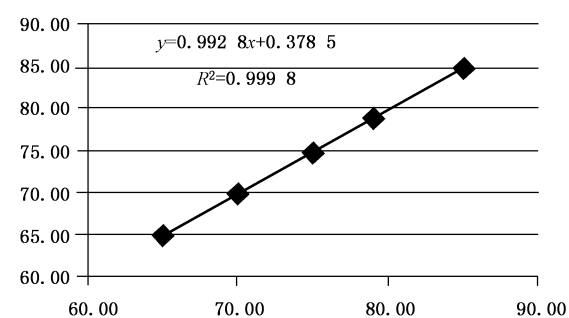


图 B.3 校正曲线绘制图

B.2.3.2 测量重复性和样品不均匀性引入的不确定度

项链样品测量,测量结果及采用校正曲线校正后的结果如表 B.6。

表 B.6 样品测量结果

测量位置	测量值	校正值
主体面 1	75.60	75.43
主体面 2	76.27	76.10
主体面 3	76.26	76.09
链接部 1	74.70	74.54
链接部 2	75.50	75.33
链接部 3	75.20	75.03
平均值		75.42
RSD%		0.80

表 B.6 中数据包含了多次仪器测量和样品不同部位的测量,可认为平均值 RSD%包含了测量重复性和样品不均匀性引入的不确定度,测量相对不确定度 u_a 为 $0.8/\sqrt{6} = 0.33\%$ 。

B.2.3.3 总不确定度评定

根据以上结果分析可得到以下不确定度分量:

测量结果不确定度 u_a : 0.33%;

标准物质不确定度 u_b : 以接近样品测量值的 GBW02761a 为准, $u_b = 0.02\%$;

校正曲线的线性不确定度 u_c : 0.076%;

样品不一致性引入的不确定度 u_d 以 0.3% 估算;

合成不确定度可计算为:

$$\sqrt{0.33^2 + 0.02^2 + 0.076^2 + 0.3^2} = 0.46\%$$

扩展不确定度为: $U = 0.46\% \times 2 = 0.92\%$ ($k=2$)

最终测量结果可表示为 $(754.2 \pm 4.6)\%$, ($k=2$)

前 言

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本标准代替 GB/T 18043—2008《首饰 贵金属含量的测定 X 射线荧光光谱法》,与 GB/T 18043—2008 相比,主要有如下变化:

- 对适用范围进行修订,明确该检验方法为筛选检测;
- 增加了术语部分;
- 详细描述了 X 射线荧光光谱法的基本原理,从工作原理上明确阐述该方法的适用范围;
- 提高了本方法对 X 射线荧光光谱仪分辨率的要求;
- 细化了检测流程,明确本方法的操作步骤;
- 增加了按照测量结果范围进行筛选判定的内容说明及图示;
- 增加了方法局限性说明;
- 增加了附录 A、附录 B 和附录 C。

本标准由中国轻工业联合会提出。

本标准由全国首饰标准化技术委员会(SAC/TC 256)归口。

本标准起草单位:国家金银制品质量监督检验中心(南京)、国家首饰质量监督检验中心、中国计量科学研究院、国家珠宝玉石质量监督检验中心、国家金银制品质量监督检验中心(上海)、国家黄金钻石制品质量监督检验中心、天津市产品质量监督检测技术研究院、成都市产品质量监督检验院。

本标准主要起草人:杨佩、杨鹤、周涛、段体玉、李素青、柯捷、谢启耀、程佑法、曹维宇、沈泮、王东辉、沈美冬、方名成、刘化峰、王春生、李玉鹃、李国贵、李武军。

本标准所代替标准的历次版本发布情况:

- GB/T 18043—2000、GB/T 18043—2008。