

贵金属实验室检测方法分析

韩祖培*

(云南黄金矿业集团贵金属检测有限公司, 保山 678000)

摘要: 贵金属材料检测方法分析是确保材料性能与品质的关键环节, 对于工业制造和科研创新具有不可替代的作用。随着科学技术的不断进步, 贵金属材料在众多行业中的应用日益广泛, 这要求对其性能进行精确评估。系统性地研究贵金属实验室检测方法原理、优势以及存在的局限性, 对于提升检测的精确度和可靠性具有决定性意义。基于此, 本文以贵金属实验室检测方法为研究对象, 在明确贵金属基本定义的基础上, 分析贵金属实验室检测方法, 包括成分检测、多元素检测、定量分析检测, 同时提出加强检测设备与方法更新、规范取样与制备流程、减少人为操作失误在内的贵金属检测质量控制措施, 希望本文研究能为科研工作者和相关行业从业者提供参考和启示。

关键词: 贵金属; 实验室检测; 成分检测

0 引言

贵金属指自然界中稀少且价格昂贵的金属, 主要包括金、银、铂等八种元素。近年来, 由于需求增加, 市场上出现了不法分子制造的假冒伪劣产品, 扰乱市场秩序并损害消费者利益。普通消费者通常使用简单方法鉴别贵金属, 但要准确判断材质和品质, 还需依赖权威检测机构和先进的检测技术。基于这一背景, 本文旨在探讨贵金属实验室检测中检测方法的应用及其质量管控, 以期为其检测工作提供支持。

1 贵金属实验室检测概述

贵金属, 包括金、银、铂等八种稀有金属, 以其高纯度展现出卓越的物理化学特性。例如, 高纯度的黄金和白银具有较低的接触电阻和热阻与较高的可靠性。鉴于其卓越性能, 贵金属在航空航天、半导体芯片、生物医学等领域应用广泛^[1]。

在实验室环境中, 对贵金属进行成分、结构、性质等相关检测分析^[2]。根据检验目标及需求, 贵金属检验可划分为品质检验、性能检验及非破坏性检验等主要类别, 每一类别均包含特定的检验项目和检验规范。当前, 针对贵金属的测试手段多样, 涵盖了物理、化学和力学等多个学科领域^[3]。

2 贵金属实验室检测方法

2.1 成分检测

(1)重量分析法。将待测组分通过适当的化学反应转化为可进行精确称重的物质。在此过程中, 采用干燥和过滤等物理方

法进行化学分析, 以排除水分等外部干扰因素。通过测定样品中各组分的质量分数, 可以精确掌握样品中各组分的含量^[4]。

(2)滴定分析法。将待测金属物质置于已知浓度的标准溶液中, 使标准溶液与金属物质中的待测组分发生化学反应。反应达到等价点时, 向溶液中加入适宜的指示剂, 通过颜色变化对特定组分进行定性分析。此外, 通过测量标准溶液的消耗量, 实现对特定组分的定量分析。该技术以其操作简便、硬件需求低等优势广受欢迎, 然而其局限性在于分析效率较低, 且灵敏度有限, 仅适用于浓度不低于1%的组分。(3)密度检测法。根据阿基米德原理, 浸入液体中的物体受到的浮力等于其排开液体的质量。通过在空气中和液体中分别称量非中空样品的质量, 计算出其体积和密度。将其密度与常见贵金属密度表进行比对, 可以确认样品材质^[5]。密度检测法快速简便, 但对未知合金类型或成分复杂的物质准确性可能受影响。常见贵金属密度如表1所示。(4)电化学分析法。电化学分析法基于物质的电化学特性, 是用于物质组成分析的测试技术。该技术在应用中可细分为循环伏安法、极谱法和溶出伏安法等多种方法。其在实际操作中对条件要求较为严格, 不仅依赖于精密且复杂的仪器设备, 还对测试人员的专业素养和操作技能提出了更高的要求。此外, 测试结果易受设备运行状态、操作流程等多种因素的影响。因此, 该方法主要用于金属物质组成的定性分析, 而其组分的定量分析研究则相对较少^[6]。

2.2 多元素检测

(1)原子吸收光谱法。原子吸收光谱法(AAS)基于贵金属对特定波长光的特异性吸收特性, 通过测定光强度的变化, 实现

* 通信作者: 韩祖培, 工程师, 研究方向为实验室检测。E-mail: zhangl3765@163.com

对贵金属含量的精确测定。该技术将样品中的贵金属转化为气态微粒，在特定波长的光照射下，贵金属原子吸收光能，导致光强度减弱，从而对其含量进行定量分析^[7]。(2)电感耦合等离子体质谱法。电感耦合等离子体质谱法(ICP-MS)涉及将样品电离后迅速导入质谱仪进行分析。该技术以快速性与高灵敏度著称，能实现多组分的同时测定，特别适用于复杂体系中重金属元素的定量分析。尽管ICP-MS在处理贵金属方面有显著优势，但存在设备成本高昂、操作技术要求严格等问题。此外，基质效应和矩阵干扰在样品检测过程中可能对分析结果产生影响。因此，在实际操作中，必须针对不同样本的特性，对试样进行适当的预处理，并执行相应的检测程序^[8]。(3)X射线荧光光谱法。X射线荧光光谱(XRF)技术以非破坏性检测多种元素成分的优势而备受青睐。技术核心在于对试样表面施加X射线，进而观察分析试样所释放的荧光信号。在X射线发射光谱领域，当样本受到高能量X射线激发时，会释放出特定的荧光X射线。通过分析X射线发射光谱的能量与强度，可以实现对贵金属的快速、精确鉴别。XRF操作简便，速度快，适用范围广，包括固态、液态、气态等多种样品形态，已被广泛应用于贵金属检测领域^[9]。然而，XRF技术亦存在局限性，例如基体效应、深度分析能力受限、对标准样品的依赖等。特别是在微量分析时，基体效应对测定结果的影响尤为显著。因此，在进行XRF分析时，必须综合考虑样品特性、分析深度以及设备参数等因素，以确保分析结果的准确性和可靠性。

表1 常见贵金属密度

名称	密度(g/cm ³)	名称	密度(g/cm ³)
金(Au)	18.88	铑(Rh)	12.41
银(Ag)	10.50	钯(Pd)	12.02
铂(Pt)	21.45	钨(Os)	22.57
钌(Ru)	12.41	铱(Ir)	22.42

2.3 定量分析检测

(1)标准曲线法。该方法通过配制一系列已知浓度的标准溶液，并测量其吸光度或荧光强度，建立浓度与信号强度之间的关系曲线。然后，通过测定样品信号强度，与标准曲线进行比较，估算出贵金属的浓度。尽管该方法操作简便，但对标准样品的制备及测定的稳定性要求较高，且必须使用高纯度标准样品以确保准确性。对于金属合金中金含量的测定，可制备一系列金浓度梯度的标准溶液，并利用原子吸收光谱(AAS)或电感耦合等离子体质谱(ICP-MS)检测其吸光系数或荧光强度。通过建立含金量与信号强度之间的关联曲线，实现对被测样本的精确定量分析^[10]。(2)内标法。内标法通过在样品中引入已知含量的内标物质，并通过比较内标物质与待测物质的比率来进行定量分析。选择与待测元素性质相似、测定条件相仿的内标物质，对于贵金属的定量分析至关重要。例如，在分析金属合金中铜、银和金的组成时，

可选用铟(In)作为参照元素。通过向待测样本中添加特定的In组分，利用ICP-MS技术对样本中的In和待测元素做定量分析，进而确定待测元素的总含量。内标法的应用能够有效减少样品前处理和仪器分析过程中的误差，从而提高分析结果的精确度和可靠性。(3)外标法。作为一种常规的定量分析技术，其基本原理在于同步测定待测样品与已知浓度的标准样品，并通过比较两者的信号强度及峰面积比值，实现定量分析。该技术将预先设定的贵金属参考物种与待测样品进行光谱学或质谱学检测，通过比较标样与待测样品发射的信号强度，依据所得比值推断出样品中贵金属的含量^[11]。该方法因其操作简便、测定快捷、结果直观等优势，适用于单组分及复合贵金属的快速定量分析。但外标法对测定设备和条件的稳定性要求较高，试样预处理及测定过程中的微小偏差均可能对结果产生负面影响。因此，在外部标准测定过程中，必须进行精确的校准和质量控制，以确保其结果的精确性。

例如，某实验室在贵金属实验检测过程中，通过如下流程实现了测定结果的精确性控制。样品准备时确保样本均匀性和典型性；根据样品特性和标准调节ICP-MS各项参数；制备一系列不同浓度的贵金属标准溶液，构建标准曲线；将样品准确溶解和稀释，重复实验以确保数据准确性；利用标准曲线和外标法，通过线性拟合或外标法推算样品中贵金属含量。所有试样经过溶解和稀释，以达到适当浓度并减少干扰，通过反复记录数值提高数据准确性和可靠性^[12]。最终实验如表2所示。

通过统计方法评估技术的精确度和可信度，计算平均值、标准差和相对误差等指标，以评价实验数据的稳定性和一致性，从而对方法的准确性和可信度做出精确评价^[13]。

表2 样品测量结果

样品	Au(×10 ⁻⁴ %)	Ag(×10 ⁻⁴ %)	Cu(×10 ⁻⁴ %)	Pt(×10 ⁻⁴ %)	Pd(×10 ⁻⁴ %)
样品1	5.2	10.6	15.3	2.8	8.9
样品2	8.9	15.2	12.7	3.5	7.6
样品3	6.5	12.8	18.9	2.3	9.4
样品4	7.2	13.5	14.6	2.9	8.1
样品5	9.1	11.9	16.2	3.1	7.8

3 贵金属实验室检测质量控制要点

3.1 加强检测设备与方法更新

为提升贵金属实验室检测精度与效率，必须对测试设备及测试方法进行现代化升级。首先，需增加投资，引进先进设备，在运行中实现智能化、自动化运作，进而可减少因人为失误导致的影响，提高测试精度。其次，持续改进测试方法与工艺^[14]。目前，在贵金属材料测试领域，各种测试方法与工艺均取得了显著发展。因此，必须密切关注产业发展趋势，及时引入新的检验方法与技术，以保持检验工作的竞争优势。同时加强作业人员在仪器设备运行与维护方面的培训，以确保其能有

效运用仪器设备及掌握新工艺^[15]。

3.2 规范取样与制备流程

在贵金属实验测试的进程中，样本采集与前期处理的标准是至关重要的环节，关系到测试的精确度与可靠性。确保过程的标准化与科学化，必须从以下几个关键环节着手。首先，制定详尽的工作规程是实现标准化的基础。该规程应涵盖采样点的选择、采样量的确定以及制备过程中特殊处理的规范。通过细化各步骤的规定与规范，确保作业人员规范执行，减少人为误差^[16]。其次，强化采样点选择与定量管理对于标准化生产过程具有极其重要的意义。采样点的选择应具有代表性，以真实反映物料的总体特性。在抽样量的管理上，应追求科学性和合理性，确保测试结果的准确性，同时避免不必要的资源浪费。这要求操作人员在抽样前对物料有充分的认识和评估。最后，采用全自动化的前处理设备与工具，是实现标准化的有效途径^[17]。通过自动控制，减少人工干预，提高精确度与效率。标准化的样本采集与前期处理是确保测试结果准确无误的关键。基于此，建立完善的操作规程，加强采样点的选择与控制，引入自动化的制备设备与仪器，确保过程的标准化与科学化，为后续检验工作奠定坚实的基础^[18]。

3.3 减少人为操作失误

在贵金属实验室检测过程中，人为误差难以完全避免。然而，实施一套有效的检测方法能够显著减少误差的发生。首要任务是对操作人员进行系统技术培训。通过定期开展技术培训和评估，确保设备运行的稳定性和可靠性。同时，鉴于新材料和新工艺的不断涌现，持续对人员进行技能培训，使其掌握最新的测试技术和仪器操作方法^[19]。建立严格的作业流程标准，对于减少人为失误具有显著作用。在检测实践中，应制定明确的作业流程和注意事项，以确保测试流程的标准化和一致性，避免漏检。同时，采取监管制度，定期对作业流程的执行情况进行抽查，以确保作业标准的有效执行。采用自动化数据录入和处理系统，实现测试结果的实时采集，并对数据进行自动处理和分析，既防止人工数据录入的错误，又可有效解决数据处理中的差错问题，显著提高数据处理的效率和精度^[20]。

4 结束语

在贵金属实验室检测过程中，通过采用各类检测方法，可全面揭示各样本中贵金属含量的差异及其内部分布情况。同时，通过加强检测设备与方法更新、规范取样与制备流程、减少人为操作失误等措施的应用，可有效提升贵金属实验室检测质量水平，提高贵金属分析技术的准确性和可靠性，为相关学术研究和应用开发提供重要参考。

参考文献

- [1] 郭剑明,曹小勇.浅谈贵金属化学检测领域的质量控制技术[J].化工管理,2024,(35):79-82.
- [2] 郑泽纯,邹振宇,王强,等.浅谈7S管理在贵金属检测实验室中的应用[J].中国检验检测,2024,32(06):92-94,106.
- [3] 冯桂坤,路昊霖,王耀杰,等.贵金属分析仪在合质金检测中的应用[J].世界有色金属,2024,(06):213-215.
- [4] 李崎瑜.让“无人矿山”照进现实[N].湘声报,2024-03-01.
- [5] 王耀杰,王清,冯桂坤,等.含铂、铱等贵金属的合质金中金含量的检测[J].世界有色金属,2023,(20):122-124.
- [6] 王黎明.贵金属实验室检测结果准确性影响因素研究[J].产品可靠性报告,2023,(09):86-87.
- [7] 王楠,周宇,任士远,等.高纯贵金属中杂质元素检测技术新进展[J].中国无机分析化学,2023,13(09):959-966.
- [8] 史靖宏,苑晓军,唐刚.贵金属实验室检测方法分析[J].轻工标准与质量,2023,(01):111-112.
- [9] 郑泽纯,易琳.贵金属实验室检测结果准确性的要点分析[J].中国检验检测,2022,30(02):73-75.
- [10] 杨狄威.贵金属饰品检测中特殊样品分析研究[J].世界有色金属,2021,(21):227-228.
- [11] 张慧剑,曹玮峰,卞瑶.实验室检测中常见白色贵金属首饰的属性命名[J].计量与测试技术,2021,48(10):69-70.
- [12] 谭涛.贵金属铂、钯、铑含量检测及判定规范[J].化工管理,2021,(30):147-148.
- [13] 吴莹莹,张坤,杨文龙,等.贵金属二次资源回收及检测方法研究[J].世界有色金属,2021,(18):162-163.
- [14] 陈永红,张雨,孟宪伟,等.贵金属元素化学检测标准方法中精密密度应用解析[J].黄金,2020,41(09):123-127.
- [15] 张燕荣.金属材料检测实验室开展质量监督工作浅谈[J].中国标准化,2020,(S1):244-247.
- [16] 方卫,李世宇,任传婷,等.纯贵金属产品及其检测技术标准发展历史和现状[J].冶金分析,2020,40(04):15-22.
- [17] 薛成玉,王庆文.贵金属精炼厂废水中金属离子的离子色谱检测研究[J].中国金属通报,2020,(02):70-71.
- [18] 邹振宇.浅谈贵金属首饰检测实验室的设计关注点[J].中国检验检测,2019,27(06):50-52.
- [19] 戴珏,谢启耀,吴嵩.便携式X射线荧光光谱仪在贵金属产品现场抽样检测中的应用[J].上海计量测试,2019,46(05):15-16,20.
- [20] 陈伟桐,陈佩莹,陈凤缤.贵金属检测实验室标准物质使用与管理[J].中国检验检测,2019,27(05):69-70.