

# 贵金属成品痕量杂质分析技术的优化

张娜 李朋 芦倩 徐萌琳 马杰

山东恒邦冶炼股份有限公司, 山东省烟台市, 264100;

**摘要:** 本文对贵金属成品中痕量杂质的分析技术优化策略进行系统的研究。就贵金属化学惰性高、基体效应大这些技术难题展开研究, 主要包含样品前处理流程更新、仪器检测参数改良、数据处理办法改善等技术环节。采用优化消解技术、改良分离富集手段、精确控制光谱分析条件等办法, 形成一套完整的痕量杂质分析程序。研究表明, 用微波消解配合固相萃取技术可以有效提高元素的回收率; 优化 ICP-MS 工作参数可以大大提高信效比; 建立全过程质量保证体系能保证分析结果的准确可靠。这项研究给贵金属产品质量控制提供可靠的技术支持。

**关键词:** 贵金属; 痕量分析; 技术优化; 质量控制

**DOI:** 10.69979/3041-0673.26.03.051

贵金属材料由于具有特殊的物理化学性质, 在电子、催化等高新技术领域有广泛的应用。成品中痕量杂质含量会影响材料性能, 建立准确可靠的分析方法十分重要。传统分析方法存在着前处理时间长、基体干扰大、检测限不高这些弊端。随着分析技术的发展, 微波消解、ICP-MS 等方法为解决这些问题提供可能。本文对贵金属痕量分析各个环节的技术要点进行了系统的梳理, 主要研究样品前处理、仪器分析、质量控制等关键技术的优化方案, 目的是建立准确、快速、可靠的贵金属痕量杂质分析方法, 为产品质量控制提供技术保障。

## 1 样品前处理流程的革新

### 1.1 溶解技术的优化策略

贵金属材料具有很好的化学惰性, 完全分解很困难, 常规单一酸消解法常常会出现溶解不完全或者引入大量空白值的情况。使用经过验证的混合酸, 王水或者其变体, 严格控制酸的纯度和配比, 是提高溶解效率、降低背景干扰的有效方法。微波消解技术利用其加热均匀、程序可调的优势, 可以大大缩短样品处理时间, 而且能减少试剂用量, 特别适合于处理难溶性的贵金属样品<sup>[1]</sup>。

### 1.2 分离与富集方法的精进

因为目标杂质在贵金属基体中浓度很低, 直接用仪器分析很难达到理想的检测限。因此, 在进样前对目标元素进行有效的分离和预富集是十分重要的。选择性沉淀、液液萃取、离子交换法等都是常用的方法。固相萃取技术因为操作简单、富集因子高、易实现自动化而具有明显优势。经过筛选出高效专一的吸附剂, 再对洗脱条件进行系统的优化, 可以有效的提高目标元素的回收率, 尽可能的减少基体效应对干扰的影响。

## 2 仪器检测参数的精细调控

### 2.1 光谱分析条件的协同优化策略

电感耦合等离子体质谱 (ICP-MS) 因为具有高灵敏度以及可以同时检测多种元素的能力, 在痕量杂质分析中处于中心位置。为了获得最佳的信噪比, 必须对仪器的工作条件进行系统的协同优化, 而不能孤立地调整单个变量。包含对射频功率的准确控制, 以维持等离子体稳定, 对载气流量的控制, 以实现气溶胶的有效传输, 以及对采样深度的控制, 以控制离子在等离子体中的停留时间。这些参数的相互影响决定离子的化效率和信号强弱, 是方法开发的基础。

### 2.2 干扰消除的关键技术路径

复杂的贵金属基体在高温等离子体中容易产生多原子离子干扰, 对痕量杂质的准确定量造成很大影响<sup>[2]</sup>。消除干扰的技术路径分为两类: 一是物理分离技术, 通过碰撞反应池技术碰撞诱导解离或者化学反应来消除多原子离子; 二是在软件算法上做数学校正, 用干扰方程解析并扣除重叠峰。选择怎样的路径是由具体的干扰和仪器决定的。

### 2.3 内标法定量与过程质量控制

为了监控和校正分析过程中的信号漂移或者基体效应, 在分析中加入内标法是提高数据精密度和准确度的重要质控手段。选择内标元素时应考虑样品中不含该元素、内标元素的物理化学性质与待测物相似、不受同量异位素影响等条件。利用内标元素响应的实时变化对分析信号进行归一化校正, 可以有效补偿由于仪器波动、样品基体差异或者接口效应等因素引起的灵敏度变化, 保证定量结果的可靠性。

### 3 数据处理与质量保证体系的构建

#### 3.1 现代信号处理与谱图解析技术

超痕量杂质分析中区分真实信号和背景干扰是提高数据质量的第一步。目前主流的方法是使用数字信号处理算法,如自适应滤波技术、小波变换的阈值去噪方法。智能算法根据信号的特征自适应地改变参数,尽可能地保持原始谱图形状的特征,大幅度提高信噪比。另外,建立标准化的谱图积分规范同样重要,包括基线识别规则、峰宽容差范围、最小峰高阈值等技术指标。通过实现积分过程的自动化、标准化可以大大减少人为操作所引起的偏差,为后面准确定量分析提供可靠的数据基础。

#### 3.2 分析方法验证与性能评估体系

任何新建的分析方法都需要经过系统的验证程序才能使用。核心就是用有证标准物质来全面评价方法的各项性能指标,线性范围、方法检测限、定量限、精密度、准确度等都是重要的指标。验证时要制订科学的实验方案,比如开展空白加标实验以及基质匹配校准曲线测定,从而客观评判方法在实际样品分析时的适用性与可靠性。所有的验证数据都要详细的记录,形成完整的验证报告,这也是对实验室质量体系的技术支持,也是保证分析结果具有法律效力和科学价值的重要保证。

#### 3.3 全面质量管理与持续改进机制

建立完善的质量保证体系要采取全过程、多层次的监督策略。分析批次中科学设置质量控制样品,用统计过程控制图实时监测分析系统稳定性,建立完善的仪器设备校准、维护程序。还要建立人员培训考核制度、数据审核制度,定期开展能力验证、实验室间比对等活动查找分析过程中的问题<sup>[3]</sup>。全面的质量管理体系将形成一个从样品接收、报告发出完整的质量闭环,保证分析数据具有很好的准确性和可比性,为贵金属产品质量控制提供可靠的技术支持。

### 4 分析方法的联用与自动化探索

#### 4.1 在线联用分析系统的构建

现代分析化学的发展趋势之一就是样品前处理和检测仪器的在线联用。把流动注射、自动固相萃取这些样品预处理模块同高灵敏度检测设备(ICP-MS)的硬件部分结合起来,就能形成一体化的自动分析系统。该系统可以实现样品引入、分离富集、检测全过程自动化,最大限度地减少人工操作步骤,有效地降低外来污染的风险和人为误差,大大提高了分析过程中结果的再现性、

通量和整体效率。

#### 4.2 智能化控制与决策系统的应用

自动化技术正朝着智能化的方向发展。在分析平台中加入带有自学习能力的智能软件系统,可以做到对仪器参数的实时优化及过程监控。该类系统可以依靠历史数据和实时采集信号,自动调整工作状态至最优状态,并且能对异常数据或者仪器故障作出早期诊断和预警。这样智能化决策支持不仅提高了仪器运行的稳定性,还使分析人员从繁琐的参数调试中解脱出来。

#### 4.3 机器人技术在样品前处理中的实现

在全自动化分析流程当中,机器人技术发挥了非常重要的作用。通过机械臂、自动化工作站等设备可以实现样品分解、稀释、转移、富集等一系列前处理步骤的无人化操作<sup>[4]</sup>。机器人平台有高精度、高重复性、长时间连续工作等特点,能有效克服人工操作的不一致性,大幅度提高样品处理的标准化水平和批量处理能力,为大规模检测任务的顺利完成提供技术保障。

### 5 针对特殊贵金属材料的分析策略

#### 5.1 难溶贵金属的新型消解技术研究

对于铂、铑、钯等具有特殊化学稳定性的贵金属材料来说,常规的酸消解法很难达到完全分解的效果。近些年来,高压密闭消解,微波辅助消解这些新的样品前处理技术被普遍使用。在高温高压条件下,用强氧化剂来分解难溶材料。同时电化学溶解法通过控制电位选择性溶解基体材料,为特定贵金属样品的预处理提供了一种新的方法。选择消解方法时要综合考虑样品特性、分析要求和实验室条件等各方面因素。

#### 5.2 高基体效应的消除与补偿方法

当贵金属基体浓度较高的时候,会产生较大的基体效应,从而影响痕量杂质的准确测定。目前主要的应对策略有物理稀释法、数学校正法、基体分离法。物理稀释操作简单,但会使待测元素浓度接近方法的检测限;数学校正法通过建立基体匹配校准曲线来补偿效应,但受基体组成的影响;基体分离法在前处理阶段去除大部分基体成分,是最理想的方案,但是操作比较复杂。实际工作时要依照具体情况来挑选恰当的方法或者方法组合。

#### 5.3 记忆效应与仪器污染的防控措施

高浓度贵金属样品分析时容易产生记忆效应、仪器污染等问题。为了有效地防控,就要采取系统的措施。

进样系统上可以采用耐腐蚀的进样管件,增加清洗程序和空白样品测定的次数。仪器的保养要定时对雾化器、雾室、锥口这些重要部位实施清洗。另外进样条件的优化、样品浓度范围的控制、内标校正等也可以减少记忆效应的影响。建立完善的质量控制程序是保证分析结果准确可靠的有力措施。

## 6 分析方法的绿色与环保考量

### 6.1 绿色化学在前处理技术中的实践路径

现代分析化学正在努力实现绿色化学,减少实验过程对环境的影响。对于样品的前处理应该采用低毒、可生物降解的试剂来代替传统的强酸或者有害的有机溶剂<sup>[5]</sup>。通过优化消解程序参数,比如采用微波辅助消解技术,可以大大减少试剂用量,达到废物源头减量的目的。并建立起完善的废液分类收集及资源化利用体系,对实验过程中产生的废酸、废碱等进行专业处理,尽可能减小分析过程给环境造成的不良影响,使实验室朝着可持续发展方向前进。

### 6.2 分析仪器的节能运行与能效管理策略

实验室仪器设备的能耗管理属于绿色分析。选型时综合考虑各种型号设备的耗能状况,选择节能效果好的分析仪器。从运行管理的角度来说,通过改进分析方法、程序设置等方式来保证数据质量的同时缩减高功率工作时间,利用待机模式、智能开关控制系统减少待机能耗。健全仪器使用登记、能耗监测制度,定期对能效情况进行评估,不断提高运行方案的科学性,达到节能减排、降低实验室运营成本的目的。

### 6.3 微型化与在线分析技术的环保优势

分析技术微型化、在线化的发展带来了很多环保效益。微型化分析设备从减少样品及试剂用量的角度出发,从源头上削减了废物的产生量。在线分析技术省去了样品运输和多次转移的环节,能源消耗少,污染风险低。这些新技术不但可以加快分析速度,也可以通过简化流程、减少耗材等方式来减少分析过程中的环境足迹,是绿色分析化学未来发展的方向,也为建设环保型实验室提供技术支持。

## 7 结束语

对样品的前处理技术、仪器分析技术、数据处理技

术等各个环节进行优化,建立完整的贵金属痕量杂质分析方案。微波消解技术的应用提高了样品的分解速度,固相萃取法实现了目标元素的有效富集,ICP-MS参数的优化大大提高了分析的灵敏度。全过程质量保证体系的建立保证分析结果的准确可靠。此项研究既解决了实际分析中遇到的技术难题,又给有关分析方法的标准化给予重要参照。应该不断加大自动化、智能化技术的应用,使分析方法趋向于绿色高效的发展。

### 参考文献

- [1] 杨文梅,马立华,陆帅,等. 离子膜电解法制备4N级高纯金属锰的工艺优化和杂质控制[J]. 中国锰业,2025,43(01):83-87.
- [2] 夏致远,侯建鑫,杨着,等. 电子级氯气中痕量金属杂质的捕集与测定[J]. 应用化工,2024,53(12):2919-2923+2929.
- [3] 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.
- [4] 朱永红. 铜阳极泥中部分贵金属及杂质元素的分析方法[J]. 有色冶金设计与研究,2020,41(05):9-11.
- [5] 郭栋. 新能源金属的中心化演进——基于VAR-BEK-K-GARCH模型的实证检验[J]. 金融监管研究,2023,(02):94-114.

作者简介:张娜,出生年月:1994年5月,性别:女,民族:汉,籍贯:山西省阳泉市,学历:本科,职称:助理工程师,研究方向:化工分析。

李朋,出生年月:1989.11,性别:女,民族:汉,学历:函授本科,职称:助理工程师,研究方向:化工分析。

芦倩,出生年月:1991.5.2,性别:女,民族:汉,籍贯:山东省菏泽市曹县,学历:大专,职称:工程师,研究方向:化工分析。

徐萌琳,出生年月:1994.3,性别:女,民族:汉族,籍贯:山东烟台,学历:本科,职称:工程师,研究方向:化工分析。

马杰,出生年月:1997年01月,性别:男,民族:汉,籍贯:山西省阳泉市,学历:大专,职称:助理工程师,研究方向:冶金工程。