

黄金检测技术发展历程与展望

张 雨^{1,2}, 陈永红^{1,2}, 柳华丽¹

(1. 长春黄金研究院有限公司; 2. 国家金银及制品质量检验检测中心(长春))

摘要:随着科学技术的不断发展,中国黄金检测技术得到了大幅提升。从黄金检测的历史、标准化道路、质量保证、自动化智能化发展 4 个方面阐述了黄金检测技术的发展历程,并对黄金检测的未来发展方向进行了展望,以期为黄金检测技术的高质量发展提供参考。

关键词:黄金检测;标准化;质量保证;智能装备;自动化

中图分类号:TD926.3

文献标志码:A

文章编号:1001-1277(2024)05-0099-04

doi:10.11792/hj20240520

引 言

黄金由于其特殊的社会属性,在人类发展历史中一直起着重要作用。黄金检测技术的发展也映射出了人类科学技术的发展,从最初的民间古法检测到规范化、标准化检测;从粗放的定性、半定量检测到精准、可控的定量检测;从传统的人工手动检测到自动化、智能化检测,黄金检测技术的发展及其技术运作模式的变革一直紧跟现代科技发展的步伐。未来,随着黄金工业转型升级的不断深入,黄金检测将全面进入数字化、智能化、智慧化时代,助力推进黄金行业智能化矿山、智慧化工厂建设,为黄金行业全面实现高质量发展提质增效。

1 黄金检测的历史

人类有文字记载的历史不过 6 000 年,然而发现和利用金的历史可以追溯到 7 万年以前^[1]。由于金的特殊性质及其昂贵的价值,黄金检测(验)技术起源很早,是分析化学中历史最悠久的检测(验)技术之一。

在距今 4 000 年以上的新石器时代晚期,就出现了最古老的黄金检测(验)方法——淘金法^[1]。随着金的开采和利用,而后又出现了试金石法、密度法等简单的黄金辨别方法^[2]。

火试金重量法是最经典、最权威的黄金检测方法,其历史可追溯到公元前 1 380 年以前^[2]。火试金重量法由于具备适应性广、富集效果好、测定准确等优点,至今仍然是黄金检测最主要的方法,其检测下限可达 0.2 g/t^[3],上限可达 99.95 %^[4]。当使用纯度 99.999 % 的高纯金作为标准金时,经验丰富、操作手法稳定的检测员可将火试金重量法的检测上限提

高至 99.98 %。

黄金的检测方法很多,截至目前,常用的黄金检测方法有称量法、滴定法、光度法、电化学法、原子吸收光谱法、电感耦合等离子体法(见表 1)。在特定的检测对象及一定的检测范围内,这些方法的精密度和准确度均能满足测定需求。

表 1 金检测方法汇总

Table 1 Summary of gold testing methods

序号	类别	名称
1	称量法	火试金重量法
2	滴定法	碘量法
3		氢醌滴定法
4		硫酸铈滴定法
5		催化滴定法
6	光度法	灿烂绿法
7		结晶紫法
8		孔雀绿法
9		乙基紫法
10		罗丹明类染料法
11		酞亚胺类染料法
12		含巯基类染料法
13	电化学法	极谱法
14		离子选择电极法
15	原子吸收光谱法	火焰原子吸收光谱法
16		石墨炉原子吸收光谱法
17	电感耦合等离子体法	电感耦合等离子体原子发射光谱法
18		电感耦合等离子体质谱法

检验检测是一门涵盖化学、计量学、统计学、仪器科学等在内的交叉学科,其技术进步依赖于各基础学科的发展,黄金检测技术亦是如此。百万分之一、千

万分之一高精密电子天平的广泛应用,极大提高了火试金重量法的检测下限,以及检测的准确度、精密度、效率。电感耦合等离子体质谱技术的商业应用,直接使黄金检测下限达到 $0.1\text{ ng/g}^{[5]}$;采用杂质减量法间接测定黄金的纯度时,可准确检测含金达 99.999% 以上的样品^[6]。

2 黄金检测的标准化道路

中国黄金检测的标准化道路始于20世纪70年代。1970年,YB/T 118—1970《金分析方法》发布实施;直到1987年才有了第一版GB/T 7739.1~4—1987《金精矿化学分析方法》系列标准^[7~10];1994年,发布实施了第一版GB/T 15249.1~5—1994《合质金化学分析方法》系列标准^[11~15]。

进入21世纪后,中国人民银行取消了黄金“统

购统销”制度,中国黄金工业进入了飞速发展阶段。为规范黄金市场化交易,2002年,上海黄金交易所成立,实物黄金交易、交割空前活跃,建立在黄金金融属性基础之上的商品交易达到了历史新高。在此背景下,2007年,中国黄金产量首次超过南非,成为全球第一大产金国^[16]。中国黄金市场的快速发展,对黄金检测及检测质量提出了更高要求,黄金检测技术全面标准化道路建设迫在眉睫。2008年,国家标准化管理委员会国标委综合〔2008〕81号文件批准中国黄金协会成立了全国黄金标准化技术委员会(SAC/TC379)^[17]。至此,黄金以一个独立的行业模式正式开启标准化发展之路。

全国黄金标准化技术委员会成立后,黄金检测标准覆盖的产品范围和数量都有了快速提升,具体对比情况见表2。

表2 全国黄金标准化技术委员会成立前后标准数量对比

Table 2 Comparison of the number of standards before and after the establishment of National Gold Standardization Technical Committee			
序号	2008 年以前	2008 年以后	备注
1	GB/T 20899.1~11—2007 《金矿石化学分析方法》	GB/T 20899.1~15《金矿石化学分析方法》	
2	GB/T 7739.1~11—2007 《金精矿化学分析方法》	GB/T 7739.1~14《金精矿化学分析方法》	
		GB/T 29509.1~2—2013《载金炭化学分析方法》	全国黄金标准化技术委员会归口
3		YS/T 3015.1~4—2013《载金炭化学分析方法》	
		YS/T 3015.5~7—2017《载金炭化学分析方法》	
4		YS/T 3027.1~2—2017《粗金化学分析方法》	
5	GB/T 15249.1~5—1994 《合质金化学分析方法》	GB/T 15249.1~5—2009《合质金化学分析方法》	全国金融标准化技术委员会归口
		GB/T 11066.1~5—2008《金化学分析方法》	全国有色金属标准化技术委员会归口
6	GB/T 11066.1~5—1989 《金化学分析方法》	GB/T 11066.6~10—2009《金化学分析方法》	
		GB/T 11066.11—2021《金化学分析方法》	
7		GB/T 25934.1~3—2010《高纯金化学分析方法》	全国黄金标准化技术委员会归口
总计	32	59	

黄金检测标准化不仅使标准数量增加,而且标准技术水平得到了极大提升。随着黄金精炼水平的不断提升,黄金市场出现含金大于 99.999% 的黄金产品,称之为“高纯金”。高纯金作为电子工业、航空航天工业等高科技领域的原材料,在各国都有重要应用。但是,以往的检测方法,无法实现 99.999% 高纯金的检测精度,致使高纯金在市场上无法规范交易,检测方法的缺失成为制约高纯金交易的“卡脖子”问题。为解决这一问题,2008年,长春黄金研究院牵头起草了《高纯金化学分析方法》系列标准^[18]。该系列标准的发布实施,不仅解决了高纯金纯度测定问题,还对黄金冶炼及提纯技术的进一步发展起到了推动作用,是中国黄金检测标准化工作的一项重要突破。

由长春黄金研究院有限公司主起草的中国黄金行业首个国际标准ISO 5724:2023 *Jewellery and precious metals – Determination of very high purity gold – Difference method using ICP – MS*^[19]开启了黄金标准化事业国际新篇章。

全国黄金标准化技术委员会成立以来,截至2023年底共发布黄金相关检测方法标准50部,见表3。

3 黄金检测的质量保证

黄金由于价格昂贵,无论是成品金还是矿产金的交易双方,都会对检测结果的质量(精准度)要求很高。要保证黄金检测结果的质量,检测过程中标准物质的使用是必不可少的。

表 3 全国黄金标准化技术委员会黄金相关检测标准数量统计

Table 3 Statistics of the number of gold-related testing standards of National Gold Standardization Technical Committee

序号	名称	数量
1	金矿石化学分析系列标准	15
2	金精矿化学分析系列标准	14
3	粗金化学分析系列标准	2
4	载金炭化学分析系列标准	9
5	高纯金化学分析系列标准	3
6	相关团体标准	6
7	国际标准	1
总计		50

中国标准物质的研制工作从 20 世纪 50 年代开始^[20],但黄金检测相关的标准物质起步较晚,含金矿物类的检测,很长一段时间使用的都是铜矿石、铜精矿或铅精矿等相近的标准物质作为质量保证。高含量金尤其纯金、高纯金由于其原材料成本高,研制过程难度大等问题,仅有沈阳冶炼厂 1994 年研制的金纯度系列标准物质,但由于其生产量少,不能满足国内检测的需求。

金相关标准物质的空缺给检测质量带来了风险。为解决黄金检测标准物质空缺问题,在金矿石和金精矿标准物质研制方面,一些标准物质研制机构及科研院所进行技术攻关,取得了相应的成果。例如:1991 年,中国地质科学院地球物理地球化学勘查研究所研制了 4 种矿石金标准物质;2003 年,陕西省地质矿产实验研究所研制了 3 种“金矿石成分分析标准物质”;2008 年,招远市检验检测中心和国家地质实验测试中心共同研制了 4 种“金矿石金银成分国家标准物质”;2013 年,济南众标科技有限公司研制了 2 种“金精矿成分分析标准物质”、5 种“金矿石成分分析标准物质”;2015 年,长春黄金研究院研制了 6 种“金矿石、金精矿金含量标准物质”。之后,含金矿物类的标准物质陆续得到了丰富。目前,矿产金检测用标准物质的范围和产量可以满足国内金检测质量保证需求。

与矿产金标准物质相比,成品金标准物质由于研制成本高而长期处于“有证无货”空缺状态。直到 2019 年,中国计量院研制出了“高纯金纯度标准物质”,长春黄金研究院有限公司研制出了“纯金纯度标准物质”,结束了高含量金没有“标准金”的历史。2021 年,长春黄金研究院有限公司研制了 18 个点的“首饰金成分分析标准物质”,至此,高含量金标准物质短缺的问题也得到了解决。黄金检测用标准物质,从无到有,品类覆盖矿产金和成品金,方法覆盖直接法和差减法。可以看出,黄金检测的质量意识在逐步提升,标准物质在其中发挥了质量保证作用。

2021 年,国家市场监督管理总局发布了《市场监管总局关于加强标准物质建设和管理的指导意见》^[21],强调了标准物质在检验检测中的重要地位和作用及未来发展方向,未来黄金检测用标准物质将会朝着品类更丰富、设计更合理、定值更准确的方向发展,为黄金检测提供更加完善的质量保证,从而促进中国黄金产业的高质量发展。

4 黄金检测的自动化、智能化发展

黄金检测虽然历史悠久,检测方法日益成熟,标准化道路越走越宽,但其技术运作模式仍然停留在传统手工操作。传统手工操作存在长流程、低效率、高体力消耗及职业安全健康等问题,必须变革和创新。在目前产业全面转型升级的时代大背景下,物联网、5G、大数据、云计算、人工智能等科技信息技术蓬勃发展带来了新机遇,如何抓住机遇,用机器人代替人的手和脚,用视觉传感器、数据传输线代替人的眼睛和神经,用智能算法代替人的大脑,走自动化、智能化发展之路,促进传统检验检测产业的全面转型升级,是“黄金检测人”当前面临的主要任务。

为进一步明确各行业、各领域在产业转型升级过程中的目标和方向,中国发布了《中国制造 2025》发展纲要^[22]及《“十四五”智能制造发展规划》^[23]等一系列指导文件。在检验检测领域,2023 年 2 月,工业和信息化部等七部门联合印发了《智能检测装备产业发展行动计划(2023—2025 年)》^[24],这意味着突破传统人工手动操作的落后产业模式、开启检验检测自动化智能化现代新型产业模式已进入全面发展阶段。

在此背景下,部分科研院所、高校、企业在检验检测自动化智能化装备研发方面进行了探索实践。在黄金及有色金属行业,长春黄金研究院有限公司历经 3 年时间,研制出了首套具有独立知识产权的火试金自动化检测系统,实现了火试金检测技术与现代信息技术、自动化智能化技术的融合创新。该系统的成功研制与应用,彻底去除了传统火试金人工操作与生俱来的“病灶”,检测效率提高了 167 百分点,劳动强度降低了 90 % 以上,基本消除了从业人员职业安全健康风险,极大地改善了作业环境,并在 2022 年获得了中国黄金协会科学技术奖特等奖。

火试金自动化检测系统的成功研制与应用,仅是黄金及有色金属行业检验检测领域产业转型升级的开始,是产业链上的一个“点”,它的示范和引领作用更具价值。

5 黄金检测的未来展望

黄金检验检测的未来在于技术运作模式的持续

创新,重点从以下3个方面着手:

1)在横向方面,参照火试金自动化检测系统融合创新模式,加快黄金及有色金属行业所涉及的各类产品,各种元素自动化、智能化检测装备或系统的研究开发,形成独立运行的自动化、智能化、标准化检测模块。

2)在纵向方面,通过持续研究开发,实现黄金及有色金属产业链从客户沟通、合同签订、取样、样品内外部流转、制样、检测、质控、数据处理、报告传输、信息反馈与处理等全流程的数字化、自动化、智能化。

3)通过软件集成控制系统的开发,采用传感器、有线或无线网络等将黄金及有色金属检验检测全流程设计的各独立单元、各模块连接起来,在中央集成控制系统(大脑)的控制和协调下,各单元、各模块之间有序、协调运行,并自主实现任务分配、指令下达及实时的信息处理与反馈,打造无人值守的智能化、智慧化检验检测实验室。

6 结 语

检验检测是学科交叉融合的科学技术,是分析化学理论与实践相互协调统一的综合性学科。黄金检验检测相关理论的进步与提升依赖于化学、冶金学、矿物加工学、仪器科学、计量学、统计学等各基础学科的理论发展和创新。同时,检验检测作为服务产业转型升级、推动产业高质量发展的国家质量基础设施,应先于产业走在前面。只有这样,产业的转型升级和高质量发展才能增质提速,这才是检验检测的未来,也是黄金及有色金属行业检验检测的未来。

[参 考 文 献]

[1] 王自森,符斌.现代金银分析[M].1版.北京:冶金工业出版社,2006:8.

[2] 兰新哲,杨丙雨.中国金分析进展与实践[M].1版.西安:陕西科学技术出版社,2000:12.

[3] 国家市场监督管理总局,国家标准化管理委员会.金矿石化学分析方法 第1部分:金量的测定:GB/T 20899.1—2019[S].北京:中国标准出版社,2019.

[4] 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.金化学分析方法 金量的测定 火试金法:GB/T 11066.1—2008[S].北京:中国标准出版社,2008.

[5] 中华人民共和国国土资源部.区域地球化学样品分析方法 第4部分:金量测定 泡沫塑料富集—电感耦合等离子体质谱法:DZ/T 0279.4—2016[S].北京:地质出版社,2016.

[6] 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.高纯金化学分析方法 第2部分:ICP-MS-标准加入校正-内标法 测定杂质元素的含量:GB/T 25934.2—2010[S].北京:中国标准出版社,2010.

[7] 国家技术监督局.金精矿化学分析方法 火试金法测定金量和银量:GB/T 7739.1—1987[S].北京:中国标准出版社,1987.

[8] 国家技术监督局.金精矿化学分析方法 原子吸收分光光度法测定银量:GB/T 7739.2—1987[S].北京:中国标准出版社,1987.

[9] 国家技术监督局.金精矿化学分析方法 二乙基二硫代氨基甲酸银分光光度法测定砷量:GB/T 7739.3—1987[S].北京:中国标准出版社,1987.

[10] 国家技术监督局.金精矿化学分析方法 碘量法测定砷量:GB/T 7739.4—1987[S].北京:中国标准出版社,1987.

[11] 国家技术监督局.合质金化学分析方法 火试金重量法测定金量:GB/T 15249.1—1994[S].北京:中国标准出版社,1994.

[12] 国家技术监督局.合质金化学分析方法 EDTA滴定法测定银量:GB/T 15249.2—1994[S].北京:中国标准出版社,1994.

[13] 国家技术监督局.合质金化学分析方法 碘量法测定铜量:GB/T 15249.3—1994[S].北京:中国标准出版社,1994.

[14] 国家技术监督局.合质金化学分析方法 EDTA滴定法测定铅量:GB/T 15249.4—1994[S].北京:中国标准出版社,1994.

[15] 国家技术监督局.合质金化学分析方法 冷原子吸收光谱法测定汞量:GB/T 15249.5—1994[S].北京:中国标准出版社,1994.

[16] 李成富.X黄金矿山企业标准金锭生产流程风险管理研究[D].昆明:云南大学,2018.

[17] 国家标准化管理委员会.关于成立全国黄金标准化技术委员会(SAC/TC379)的批复:国标委综合[2008]81号[A].2008-05-08.

[18] 《高纯金》和《高纯金化学分析方法》系列国家标准批准颁布[J].黄金,2011,32(1):60.

[19] ISO. Jewellery and precious metals - Determination of very high purity gold - Difference method using ICP-MS:ISO 5724:2023[S]. Geneva:ISO,2023.

[20] 韩永志.标准物质的研制管理与应用[M].1版.北京:中国计量出版社,2010:911.

[21] 国家市场监督管理总局.市场监管总局关于加强标准物质建设和管理的指导意见:国市监计量发[2021]78号[A/OL].(2021-12-07)[2023-10-20].https://www.samr.gov.cn/zw/zfxgk/fdzdgknr/jjjzs/art/2023/art_4cee4237af344cc2a6875b58102eb691.html.

[22] 国务院.国务院关于印发《中国制造2025》的通知:国发[2015]28号[A/OL].(2015-05-08)[2023-10-20].https://www.gov.cn/zhengce/zhengceku/2015-05/19/content_9784.htm.

[23] 工业和信息化部,国家发展和改革委员会,教育部,等.八部门关于印发《“十四五”智能制造发展规划》的通知:工信部联规[2021]207号[A/OL].(2021-12-21)[2023-10-20].https://www.gov.cn/zhengce/zhengceku/2021-12/28/content_5664996.htm?eqid=c65ed60000037ea20000000264560ee8.

[24] 工业和信息化部,国家发展和改革委员会,教育部,等.工业和信息化部等七部门关于印发《智能检测装备产业发展行动计划(2023—2025年)》的通知:工信部联通装[2023]19号[A/OL].(2023-02-21)[2023-10-20].https://www.miit.gov.cn/threestrategy/zcgh/zlgh/art/2023/art_ce23d660005645e48f485e1180dd9fd9.html.

Development history and prospects of gold testing technology

Zhang Yu^{1,2}, Chen Yonghong^{1,2}, Liu Huali¹

(1. Changchun Gold Research Institute Co., Ltd.;

2. National Quality Inspection and Testing Center for Gold & Silver Products (Changchun))

Abstract: With the continuous development of science and technology, China's gold testing technology has been greatly improved. The paper elaborates on the development of gold testing technology from 4 aspects: the history of gold testing, standardization, quality assurance, and the development of automation and intelligentization. It also prospects the future development direction of gold testing, in hope that it provides references for the high-quality development of gold testing technology.

Keywords: gold testing; standardization; quality assurance; intelligent equipment; automation