



中华人民共和国国家标准

GB/T 37993—2019

氰化亚金钾

Potassium aurocyanide

2019-08-30 发布

2020-07-01 实施

国家市场监督管理总局
中国国家标准化管理委员会 发布

前 言

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本标准由中国石油和化学工业联合会提出。

本标准由全国化学标准化技术委员会(SAC/TC 63)归口。

本标准起草单位：烟台招金励福贵金属股份有限公司、衡阳市晋宏精细化工有限公司、三门峡朝阳科技有限公司、江苏苏大特种化学试剂有限公司、福建紫金贵金属材料有限公司、广东金鼎高新材料有限公司、山东大耀特种材料有限公司、浙江水知音环保科技有限公司、中海油天津化工研究设计院有限公司、国家无机盐产品质量监督检验中心。

本标准主要起草人：姜忠智、廖苏兴、刁建元、顾志平、黎志栋、苏泛曾、王宗耀、俞明华、郭凤鑫、刘希云、龙佳志、王建峰、赵美敬、王芳。

氰化亚金钾

警示——按 GB 12268—2012 第 6 章的规定,本产品属于第 6 类 6.1 项毒性物质,操作时应小心谨慎。使用本标准的人员应有正规实验室工作的实践经验。本标准并未指出所有可能的安全问题。使用者有责任采取适当的安全和健康措施,并保证符合国家有关法规规定的条件。

1 范围

本标准规定了氰化亚金钾的要求、试验方法、检验规则、标志、标签、包装、运输、贮存。

本标准适用于氰化亚金钾。

注:该产品主要用于电子线路板、半导体、连接器等电器元件的镀金,也用于装饰品、珠宝首饰、钟表等的镀金。

2 规范性引用文件

下列文件对于本文件的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件,仅注日期的版本适用于本文件。凡是不注日期的引用文件,其最新版本(包括所有的修改单)适用于本文件。

GB 190 危险货物包装标志

GB/T 191—2008 包装储运图示标志

GB/T 6678 化工产品采样总则

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法

GB/T 8170 数值修约规则与极限数值的表示和判定

GB 12268—2012 危险货物品名表

GB 12463—2009 危险货物运输包装通用技术条件

HG/T 3696.2 无机化工产品化学分析用标准溶液、制剂及制品的制备 第 2 部分:杂质标准溶液的制备

HG/T 3696.3 无机化工产品化学分析用标准溶液、制剂及制品的制备 第 3 部分:制剂及制品的制备

3 分子式和相对分子质量

分子式: $\text{KAu}(\text{CN})_2$ 。

相对分子质量:288.10(按 2016 年国际相对原子质量)。

4 要求

4.1 外观:白色颗粒或粉末。

4.2 氰化亚金钾按本标准规定的试验方法检测应符合表 1 的规定。

表 1

项目	指标
金(Au) $w/\%$	68.30 ± 0.10
干燥减量 $w/\%$	≤ 0.20
水溶解性	清亮、无目视可见物
水不溶物 $w/\%$	≤ 0.1
银(Ag) $w/\%$	≤ 0.002
铁(Fe) $w/\%$	≤ 0.001
钴(Co) $w/\%$	≤ 0.001
铅(Pb) $w/\%$	≤ 0.001
铜(Cu) $w/\%$	≤ 0.001
镍(Ni) $w/\%$	≤ 0.001
锌(Zn) $w/\%$	≤ 0.001
铬(Cr) $w/\%$	≤ 0.001

5 试验方法

5.1 一般规定

本标准所用试剂和水,在没有注明其他要求时,均指分析纯试剂和 GB/T 6682 中规定的三级水,试验中所用杂质标准溶液、制剂及制品,在没有注明其他要求时,均按 HG/T 3696.2、HG/T 3696.3 的规定制备。

5.2 外观检验

在自然光下,于白色衬底的表面皿或白瓷板上用目视法判定外观。

5.3 金含量的测定

5.3.1 原理

氰化亚金钾与浓硫酸在高温时发生反应析出海绵金,同时将氰根氧化分解为一氧化碳和铵盐。生成的海绵金经热水洗涤、过滤、灼烧,通过称量其质量确定金的含量。

5.3.2 试剂或材料

硫酸(优级纯)。

5.3.3 仪器设备

高温炉:温度可控制 $800\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 25\text{ }^{\circ}\text{C}$ 。

5.3.4 试验步骤

称取约 2.5 g 试样,精确至 0.000 2 g,置于 250 mL 干燥的烧杯中。在通风橱内,沿烧杯壁缓缓加入

约 20 mL 硫酸(使硫酸完全覆盖样品),将附着在杯壁的试样一并冲入杯底,盖上表面皿,置于电炉上加热煮沸。加热溶液至酸雾凝聚在杯口(此时溶液变为清亮且海绵金凝聚成团,若反应后有未反应完全的样品附着烧杯壁可再补加 5 mL 硫酸沿杯壁冲洗,再加热充分反应),取下烧杯冷却至室温,将表面皿移开少许,用洗瓶沿烧杯壁缓慢加入少量水,轻轻摇动烧杯避免爆沸,继续加入 100 mL 水,搅拌均匀,在电炉上加热至沸。取下静置片刻,用中速定量滤纸将上层清液过滤,然后用倾泻法以热水洗涤海绵金,将海绵金转移至滤纸上,用少量定量滤纸卷在玻璃棒头部擦净烧杯底及侧壁上可能沾附的海绵金并移入漏斗中,继续用热水洗至滤液为中性(用广泛 pH 试纸检验为 6~7)。收集滤液和洗液合并于干净的烧杯中,此溶液为试验溶液 A,保留此溶液用于银、铁、钴、铅、铜、镍、锌和铬含量的测定。

将海绵金和滤纸置于已灼烧至质量恒定的瓷坩埚内,于电炉上干燥、灰化完全,置于高温炉中,于 800 ℃±25 ℃下灼烧至质量恒定。

5.3.5 试验数据处理

金含量以金(Au)质量分数 w_1 计,按式(1)计算:

$$w_1 = \frac{m_2 - m_1}{m} \times 100\% \dots\dots\dots (1)$$

式中:

- m_2 ——瓷坩埚和海绵金质量的数值,单位为克(g);
- m_1 ——瓷坩埚质量的数值,单位为克(g);
- m ——试料质量的数值,单位为克(g)。

取平行测定结果的算术平均值为测定结果,两次平行测定结果的绝对差值不大于 0.05%。

5.4 干燥减量的测定

5.4.1 仪器设备

- 5.4.1.1 电热恒温干燥箱:温度能控制在 105 ℃±2 ℃。
- 5.4.1.2 称量瓶:φ50 mm×30 mm。

5.4.2 试验步骤

用已于 105 ℃±2 ℃烘干至质量恒定的称量瓶称取约 5 g 试样,精确至 0.000 2 g。置于电热恒温干燥箱中于 105 ℃±2 ℃下烘干至质量恒定。

5.4.3 试验数据处理

干燥减量以质量分数 w_2 计,按式(2)计算:

$$w_2 = \frac{m - m_1}{m} \times 100\% \dots\dots\dots (2)$$

式中:

- m ——试料质量的数值,单位为克(g);
- m_1 ——干燥后试料质量的数值,单位为克(g)。

取平行测定结果的算术平均值为测定结果,两次平行测定结果的绝对差值不大于 0.02%。

5.5 水溶解性的测定

称取约 10 g 试样,精确至 0.000 2 g,置于烧杯中,加入 100 mL 水,搅拌至试样溶解。在自然光下目视观察溶液,溶液应清亮、无目视可见物。此溶液为试验溶液 B,保留此溶液用于水不溶物含量的测定。

5.6 水不溶物含量的测定

5.6.1 仪器设备

5.6.1.1 玻璃砂坩埚:滤板孔径为 $5\ \mu\text{m}\sim 15\ \mu\text{m}$ 。

5.6.1.2 电热恒温干燥箱:温度能控制在 $105\ ^\circ\text{C}\pm 2\ ^\circ\text{C}$ 。

5.6.2 试验步骤

将试验溶液 B(见 5.5)用预先在 $105\ ^\circ\text{C}\pm 2\ ^\circ\text{C}$ 下干燥至质量恒定的玻璃砂坩埚抽滤,用热水充分洗涤至滤液为中性(用广泛 pH 试纸检验为 $6\sim 7$),将玻璃砂坩埚连同水不溶物置于电热恒温干燥箱中,于 $105\ ^\circ\text{C}\pm 2\ ^\circ\text{C}$ 干燥至质量恒定。

5.6.3 试验数据处理

水不溶物以质量分数 w_3 计,按式(3)计算:

$$w_3 = \frac{m_1 - m_2}{m} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (3)$$

式中:

m_1 ——玻璃砂坩埚和水不溶物质量的数值,单位为克(g);

m_2 ——玻璃砂坩埚质量的数值,单位为克(g);

m ——试料(见 5.5)质量的数值,单位为克(g)。

取平行测定结果的算术平均值为测定结果,两次平行测定结果的绝对差值不大于 0.03% 。

5.7 银、铁、钴、铅、铜、镍、锌和铬含量的测定

5.7.1 原理

试样加硫酸析出金后,经过滤得到的滤液用于银等杂质金属的测定,采用标准曲线法在原子吸收分光光度计相应的波长下测定银、铁、钴、铅、铜、镍、锌和铬的含量。

5.7.2 试剂或材料

5.7.2.1 硝酸溶液:1+3。用优级纯配制。

5.7.2.2 银标准溶液:1 mL 溶液含银(Ag)0.05 mg。用移液管移取 5 mL 按 HG/T 3696.2 配制的银标准溶液,置于 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

5.7.2.3 铁标准溶液:1 mL 溶液含铁(Fe)0.05 mg。用移液管移取 5 mL 按 HG/T 3696.2 配制的铁标准溶液,置于 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

5.7.2.4 钴标准溶液:1 mL 溶液含钴(Co)0.05 mg。用移液管移取 5 mL 按 HG/T 3696.2 配制的钴标准溶液,置于 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

5.7.2.5 铅标准溶液:1 mL 溶液含铅(Pb)0.05 mg。用移液管移取 5 mL 按 HG/T 3696.2 配制的铅标准溶液,置于 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

5.7.2.6 铜标准溶液:1 mL 溶液含铜(Cu)0.05 mg。用移液管移取 5 mL 按 HG/T 3696.2 配制的铜标准溶液,置于 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

5.7.2.7 镍标准溶液:1 mL 溶液含镍(Ni)0.05 mg。用移液管移取 5 mL 按 HG/T 3696.2 配制的镍标准溶液,置于 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

5.7.2.8 锌标准溶液:1 mL 溶液含锌(Zn)0.01 mg。用移液管移取 1 mL 按 HG/T 3696.2 配制的锌标准溶液,置于 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

5.7.2.9 铬标准溶液:1 mL 溶液含铬(Cr)0.05 mg。用移液管移取 5 mL 按 HG/T 3696.2 配制的铬标准溶液,置于 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

5.7.2.10 水:符合 GB/T 6682 规定的二级水。

5.7.3 仪器设备

原子吸收分光光度计:配有银、铁、钴、铅、铜、镍、锌和铬空心阴极灯。

5.7.4 试验步骤

5.7.4.1 标准曲线的绘制

每种元素分别制备系列标准溶液,按表 2 规定,用移液管移取相应体积的标准溶液,分别置于 5 个 50 mL 的容量瓶中,加 5 mL 硝酸溶液,用水稀释至刻度,摇匀。

表 2 移取标准溶液的体积

标准曲线名称	移取标准溶液的体积/mL				
	1 号	2 号	3 号	4 号	5 号
银	0.00	0.50	1.00	2.00	3.00
铁	0.00	0.50	1.00	2.00	3.00
钴	0.00	0.50	1.00	2.00	3.00
铅	0.00	0.50	1.00	3.00	5.00
铜	0.00	0.50	1.00	2.00	3.00
镍	0.00	0.50	1.00	2.00	3.00
锌	0.00	0.50	1.00	2.00	3.00
铬	0.00	0.50	1.00	2.00	3.00

使用原子吸收分光光度计,在表 3 规定的波长处,使用空气-乙炔火焰,以水调零,测量系列标准溶液的吸光度。以元素质量浓度(mg/L)为横坐标,所对应的吸光度为纵坐标,绘制标准曲线。

表 3 各元素测定波长

元素	银	铁	钴	铅	铜	镍	锌	铬
波长/nm	328.1	248.3	240.7	283.3	324.8	230.2	213.9	357.9

5.7.4.2 试验

将试验溶液 A(见 5.3.4)置于电炉上蒸发至白烟冒尽(不要蒸干),加 5 mL 硝酸溶液,加少量水,加热使析出晶体全部溶解,冷却后移入 50 mL(V)容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。取 5 mL 硝酸溶液制备空白试验溶液。

使用原子吸收分光光度计,在表 3 规定的波长处,使用空气-乙炔火焰,以水调零,测量试验溶液和空白试验溶液的吸光度。根据测得的吸光度从标准曲线上查出试验溶液和空白试验溶液中各元素的质量浓度(mg/L)。

5.7.5 试验数据处理

待测元素含量以质量分数 w_i 计,按式(4)计算:

$$w_i = \frac{(\rho - \rho_0) \times V \times 10^{-6}}{m} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (4)$$

式中:

ρ ——由标准曲线上查得试验溶液中待测元素的质量浓度的数值,单位为毫克每升(mg/L);

ρ_0 ——由标准曲线上查得空白试验溶液中待测元素的质量浓度的数值,单位为毫克每升(mg/L);

V ——试验溶液定容的体积的数值,单位为毫升(mL);

m ——试料(见 5.3.4)的质量的数值,单位为克(g)。

取平行测定结果的算术平均值为测定结果,两次平行测定结果的绝对差值不大于 0.000 3%。

6 检验规则

6.1 本标准采用型式检验和出厂检验。型式检验和出厂检验应符合下列规定:

a) 要求中规定的所有指标项目为型式检验项目,正常情况下每一个月至少进行一次型式检验。

有下列情况之一时,应进行型式检验:

——更新关键设备和生产工艺;

——主要原料有变化;

——停产又恢复生产;

——与上次型式检验有较大的差异;

——合同规定。

b) 要求中规定的金含量、银含量、铁含量、铅含量、铜含量 5 项指标为出厂检验项目,应逐批检验。

6.2 用相同材料,基本相同的生产条件,连续生产或同一班组生产的氰化亚金钾为一批,每批产品不大于 200 kg。

6.3 按 GB/T 6678 的规定确定采样单元数。采样时,将采样器自上方插入至料层深度的四分之三处采样。将所采样品混匀,用四分法缩分至约 100 g,立即分装入两个干燥、清洁的带盖聚乙烯塑料瓶中,密封,瓶上粘贴标签,注明:生产厂名、产品名称、批号和采样日期、采样者姓名。一瓶用于检验,另一瓶保存备查,保存时间由生产厂根据实际情况确定。

6.4 检验结果中如有指标不符合本标准要求时,应重新自两倍量的包装袋中采样进行复验,复验结果即使有一项指标不符合本标准要求时,则整批产品为不合格。

6.5 采用 GB/T 8170 规定的修约值比较法判定检验结果是否符合标准。

7 标志、标签

7.1 氰化亚金钾包装上要有牢固清晰的标志,内容包括:生产厂名、厂址、产品名称、净含量、批号或生产日期、本标准编号、GB 190 所规定的“毒性物质”标志、GB/T 191—2008 第 2 章规定的“怕晒”标志、“怕雨”标志。

7.2 每批出厂的氰化亚金钾都应附有质量证明书。内容包括:生产厂名、厂址、产品名称、净含量、批号或生产日期、产品质量符合本标准的证明、本标准编号。

8 包装、运输、贮存

8.1 氰化亚金钾采用带盖聚乙烯塑料瓶包装,包装应紧密封口。每瓶净含量 100 g、500 g 或 1 000 g。

将一定数量的塑料瓶装入纸箱并密封。如需其他包装,供需双方另行协商,其包装类别应符合 GB 12268—2012 中表 1 的规定,包装件限制质量应符合 GB 12463—2009 中附录 A 的规定。

8.2 氰化亚金钾在运输过程中应有遮盖物。防止日晒、雨淋、受潮。不应与酸性物质、氯酸钾、亚硝酸盐、硝酸盐混运。

8.3 氰化亚金钾应贮存于干燥的专用库房,防止受潮、日晒。不应与酸性物质混贮。
