

氰化亚金钾的化学成分分析方法

田治龙 (蓬莱市蓬港金业有限公司, 山东 蓬莱 265607)

A Method for Composition Determination of Potassium Aurocyanide

TIAN Zhilong (PPGG. Industry Co. Ltd., Penglai, Shandong 265607, China)

Abstract: A method to analysis gold and impurity contents in potassium aurocyanide was established by AAS. The best analytic parameters for the gold in potassium aurocyanide sample were obtained. The analytical result by the method were compared with other methods. It was found that the method to analysis the contents of Au, Ag, Cu, Fe, Pb, Ni, Zn element in potassium aurocyanide has very high accuracy and precision.

Keywords: Analytic chemical; Potassium aurocyanide; Chemical composition; Determination

摘要: 介绍氰化亚金钾中 Au 含量的测定和用原子吸收光谱仪测定其杂质元素的方法。确定了分析过程中的最佳分析参数, 并与其它方法的分析结果对比, 结果表明, 该方法对氰化亚金钾样品中的 Au、Ag、Cu、Fe、Pb、Ni 和 Zn 等元素的分析具有很高的准确度和精密度。

关键词: 分析化学; 氰化亚金钾; 化学成分; 分析方法

中图分类号: O655 **文献标识码:** B **文章编号:** 1004-0676(2004)02-0017-03

氰化亚金钾主要用于电镀、电子产品行业。由于起步较晚, 目前我国尚无相应的国家标准和行业标准, 国际上一般采用英国标准^[1]。该标准分析的元素多, 需要原子发射、原子吸收、X 射线荧光光谱等大型分析设备, 投资大、分析项目多达 21 项, 分析的元素有的对实际工作无明显的意义。作者根据氰化亚金钾在工业中实际应用的纯度和客户对氰化亚金钾的质量需求制定了本分析方法。将本法分析的结果与上海市计量测试技术研究院和日本三友株式会社的分析结果相对比, 误差为 0.01%。该法比日本提供的分析方法具有分析时间短、操作方便、设备投资少、精密度、准确度高的特点。

1 实验部分

1.1 原理

氰化亚金钾和 98%H₂SO₄ 在 250~300℃ 时发生氧化还原反应析出单质 Au, 将 Au 洗涤、烘干后测定其含量。杂质的测定是将氰化亚金钾样品用王水溶解, 经乙酸乙酯萃取分 Au, 从而消除光谱干扰和物理干扰, 水相浓缩后用 1+9 的 HCl 定容, 按表 1 的参数用原子吸收光谱仪进行杂质测定^[2~4]。

表 1 分析过程控制及仪器性能参数

Tab.1 Analyze process control and instrument function parameters

待测元素	分析波长 (nm)	灯电流 (mA)	光谱通带 (nm)	仪器检出限 ($\mu\text{g/mL}$)	标准浓度 ($\mu\text{g/mL}$)	介质	备注
Ag	328.1	4.0	0.5	0.002	0.00、0.50、1.50、2.50	HNO_3 (2%)	三元素 混 合
Ni	232.0	10.0	0.2	0.002	0.00、1.00、3.00、5.00		
Zn	213.9	4.0	1.0	0.001	0.00、0.10、0.30、0.50	HCl (1+9)	三元素 混 合
Cu	324.7	4.0	0.5	0.001	0.00、0.50、1.50、2.50		
Pb	217.0	4.0	0.5	0.01	0.00、1.00、3.00、5.00	HCl (1+9)	三元素 混 合
Fe	248.3	10.0	0.2	0.005	0.00、0.50、1.50、2.50		

1.2 仪器设备及试剂

原子吸收光谱仪(WARIAN AA-50); Ag、Cu、Fe、Pb、Ni、Zn 各元素空心阴极灯; 可控温加热板、高温炉; 所用试剂 H_2SO_4 为分析纯, 其余均为优级纯; 水为 2 次蒸馏水。

1.3 实验方法

1.3.1 标准液配置: 在 100 mL 的容量瓶中, 用 Ag、Cu、Fe、Pb、Ni、Zn 的基准试剂或标准储备液分别按表 1 的浓度和介质配标准液, 每个容量瓶中需加入 5.62g KNO_3 。

1.3.2 分析步骤:

Au 含量的测定: 将可控温加热板预热到 250~300°C, 迅速称取已处理过水分的氯化亚金钾样品 1.20g, 准确到 0.00001g, 取 3 份作平行样, 分别移入 3 个 250mL 已干燥过的锥形瓶中, 向锥形瓶中加入 80mL 98% H_2SO_4 , 放到已预热的加热板上加热, 直至液体为无色澄清。用坩埚钳摇动锥形瓶, 直到析出的海绵 Au 聚合在一起成为一个紧密的金聚合体, 取下锥形瓶, 自然冷却至室温。将瓶内的液体倒出, Au 聚合体转移至 30mL 的瓷坩埚中, 用热蒸馏水洗涤至洗液呈中性。然后将其置于电加热板上烘干, 转移到 400°C 的高温炉中干燥 5min, 取出冷却。用十万分之一的天平称量 Au 的质量计算含量, 最终结果取 3 个平行样的平均值。

杂质含量的测定: 将电加热板预热到 80°C, 准确称取 2 份氯化亚金钾样品各 4.0g, 准确到 0.0001g, 置于 200mL 的烧杯中, 分别加入 20mL 的王水(1:3:3), 同时做空白试验。将试样置于加热板上加热溶解, 直至溶液颜色变为黄色, 盖上表面皿, 低温蒸发试液至 8~10mL, 取下自然冷却。用蒸馏水洗涤表面皿, 用 1mol/L HCl 将试液移入 125mL 的分液漏斗至 30mL, 加入 30mL 乙酸乙酯, 震荡 30s, 静置分层, 将有机相和水相分离。有机相依次用 2mL 的 1mol/L、2mol/L、3mol/L HCl 洗涤, 洗涤液与水相合并。再往水相中加 30mL 乙酸乙酯, 重复上面萃取分离、洗涤的操作。最后将所有萃取分离、洗涤的水相合并, 放入烧杯中, 低温蒸发至 8~10mL, 冷却到室温, 用 1+9 的 HCl 定容于 25mL 的容量瓶中。使用空气-乙炔火焰, 用原子吸收光谱仪在表 1 的分析条件下, 以蒸馏水调零, 用标准液完成标准曲线绘制后, 测定待测试液的浓度, 最后用样品浓度减去空白试验的浓度, 即为样品的真实浓度。数据处理及结果表示如下:

$$X(\%) = (C - C_0) * V * 10^{-4} / m \quad (1)$$

其中 X 为待测元素的百分含量, C 为待测元素试液的浓度($\mu\text{g/mL}$), C_0 为空白溶液中待测元素的浓度($\mu\text{g/mL}$), V 为待测元素试液的体积(mL); m 为样品

表 2 平行样测试结果及允许误差

Tab. 2 The parallel sample test results and allowable errors

元素	元素含量 (%)	允许误差 (%)
Au	----	±0.03
	≤0.0008	±0.0003
	> 0.0008~0.0015	±0.0005
Ag、Cu、	> 0.0015~0.0025	±0.0006
Fe、Pb、	> 0.0025~0.0040	±0.0008
Ni、Zn	> 0.0040~0.0070	±0.0014
	> 0.0070~0.0120	±0.0025
	> 0.0120~0.0200	±0.0035

的质量(g)。最后报出的待测元素的含量为2个平行样的平均值。氰化亚金钾中7个元素分析平行样之间的允许误差见表2。

2 结果与讨论

生产氰化亚金钾用的是国标Au 99.99或Au 99.95, 杂质主要是Ag、Cu、Fe和Pb, 而Sb和Bi含量一般在Au>99.95%的金锭中是微量甚至是痕量。由于生产过程中可能要用到不锈钢容器及管道, 因此有必要分析氰化亚金钾中Ni和Zn的含量, 针对以上情况, 作者确定了氰化亚金钾中杂质元素的分析为Ag、Cu、Fe、Pb、Ni和Zn, 主成分为Au。

日本三友株式会社是按英国BS5658-1979进行分析的。上海市计量测试技术研究院的分析方法保密。而本分析方法是根据适用性和节省资源的思路建立的。有的分析方法是直接用水溶解样品后进行测定, 待测元素是否能全部溶解有待证明, 因为英国BS5658-1979标准有专门检测氰化亚金钾在水中不溶物含量的分析方法, 其次大量金络合离子的存在会干扰吸收光谱的测定, 影响分析结果的准确性, 因此作者不赞成使用此方法进行分析。作者单位曾将其生产的氰化亚金钾取样, 经缩分制成4份样品, 1份作为副样保存, 2份分别送上海市计量测试技术研究院、日本三友株式会社分析, 1份用本方法分析, 分析结果见表3。

表3 3种方法的分析结果(%) Tab. 3 The analysis result of three kinds of methods (%)

元素	上海市计量测试技术研究院	日本三友株式会社	本方法
Au	68.27	68.28	68.26
Ag	0.0005	0.0004	0.0005
Cu	<0.0005	0.0002	0.0003
Pb	<0.0005	0.0004	0.0005
Fe	<0.0005	0.0003	0.0004
Zn	<0.00005	0.00002	0.00004
Ni	<0.0005	0.0003	0.0002

3 结论

采用本方法测定的氰化亚金钾样品, Au、Ag、Cu、Fe、Pb、Ni和Zn的含量与上海市计量测试技术研究院和日本三友株式会社分析的结果相对误差为0.01%, 其准确度和精密度完全满足高纯氰化亚金钾的测定。在所查阅的文献中, 杂质元素的分析法未曾有与此相似的方法。采用该法对氰化亚金钾进行7个元素分析, 具有设备投资少(原子吸收)、分析速度快、耗用资源少(设备、人力、样品)、准确度高的特点。

参考文献

- [1] BS5658. 1979 Specification for gold potassium cyanide for electroplating[S]. British standards institution.
- [2] 孙淑媛, 孙龄高, 殷齐西等. 矿石及有色金属分析手册[M]. 北京: 冶金工业出版社, 1990.
- [3] 李启隆, 迟锡增, 曾泳准等. 仪器分析[M]. 北京: 北京师范大学出版社, 1997.
- [4] Flame Atomic Absorption Spectrometry Analytical Methods[M]. VARIAN.