

ICS 71.060.50
G 12
备案号:34576—2012

HG

中华人民共和国化工行业标准

HG/T 2827—2011
代替 HG/T 2827—1997

工业氰化亚铜

Cuprous cyanide for industrial use

2011-12-20 发布

2012-07-01 实施

中华人民共和国工业和信息化部 发布

前 言

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本标准代替 HG/T 2827—1997《工业氰化亚铜》，与 HG/T 2827—1997 相比，除编辑性修改外主要技术变化如下：

- 调整了外观的叙述，由原来的“白色、灰黄色或天蓝色粉末或疏松块状”调整为“白色、灰黄色或浅蓝色粉末”（见 4.1, 1997 年版的 3.1）；
- 调整了优等品铜含量，由不少于“70.0 %”调整为不少于“70.2 %”（见 4.2, 1997 年版的 3.2）；
- 调整了氰根含量，由优等品不少于“28.5 %”，一等品不少于“28.0 %”均调整为“28.0 %～28.6 %”（见 4.2, 1997 年版的 3.2）；
- 修改了“氰化物含量”的指标项名称，改为“氰根含量”（见 4.2, 1997 年版的 3.2）；
- 修改了“氰化钠不溶物含量”的指标项名称，改为“氰化钠溶液不溶物含量”（见 4.2, 1997 年版的 3.2）；
- 调整了铜含量测定中碘化钾用量，由“20 g”调整为“5.0 g”（见 5.4.3, 1997 年版的 5.3.3）；
- 删除了 1997 版中的“采样”一章，在本版中增加“检验规则”一章（见 6, 1997 年版的 4）；
- 调整了产品批量，由“每批产品不超过 2 t”调整为“每批产品不超过 3 t”（见 6.2, 1997 年版的 4.1）；
- 调整了包装，由“内衬二层聚乙烯塑料薄膜袋”调整为“内包装采用一层聚乙烯塑料薄膜袋”（见 8.1, 1997 年版的 6.3）；
- 调整了每桶净含量，由“每桶净重为 10 kg、15 kg、25 kg、40 kg、50 kg”调整为“每桶净含量为 5 kg、15 kg、25 kg、50 kg 或按客户要求包装”（见 8.1, 1997 年版的 6.3）；
- 增加了“安全”一章中 9.3 条（见 9.3）。

本标准的附录 A 为资料性附录。

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无机化工分会(SAC/TC63/SC1)归口。

本标准起草单位：中海油天津化工研究设计院、山东双凤股份有限公司、上海敦煌化工厂、杭州萧山化学试剂厂。

本标准主要起草人：郭永欣、范国强、李文娟、李云龙、史祖余、许水明。

工业氰化亚铜

1 范围

本标准规定了工业氰化亚铜的要求、试验方法、检验规则、标志、标签、包装、运输、贮存和安全要求。本标准适用于主要用于含氰电镀的工业氰化亚铜。

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,仅所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—2009 危险货物包装标志

GB/T 3049—2006 化工产品中铁含量测定的通用方法 1,10-菲罗啉分光光度法

GB/T 6678 化工产品采样总则

GB/T 6682—2008 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

HG/T 3696.1 无机化工产品 化学分析用标准溶液、试剂及制品的制备 第1部分:标准滴定溶液的制备

HG/T 3696.2 无机化工产品 化学分析用标准溶液、试剂及制品的制备 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、试剂及制品的制备 第3部分:试剂及制品的制备

3 分子式和相对分子质量

分子式:CuCN

相对分子质量:89.56(按2007年国际相对原子质量)

4 要求

4.1 外观:白色、灰黄色或浅蓝色粉末。

4.2 工业氰化亚铜按本标准规定的试验方法检测应符合表1技术要求。

表1 技术要求

项 目	指 标	
	优等品	一等品
铜(Cu)含量 w/%	≥ 70.2	69.6
氰化亚铜(CuCN)含量(以Cu含量换算)w/%	≥ 99.0	98.0
氰根(CN)含量 w/%	28.0~28.6	
氰化钠溶液不溶物含量 w/%	≤ 0.20	0.30
铁(Fe)含量 w/%	≤ 0.02	0.04

5 试验方法

5.1 警告

本标准试验方法中使用的部分试剂及样品本身具有毒性、腐蚀性,试验中会有氰化氢气体逸出,操作者须小心谨慎!如溅到皮肤上应立即用水冲洗,严重者应立即就医。挥发性物质、有机物质、有刺激性气味物质,操作时应在通风良好的通风橱中进行。

5.2 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—2008 中规定的三级水。试验中所用标准滴定溶液、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 3696.1、HG/T 3696.2、HG/T 3696.3 之规定制备。

5.3 外观判别

在自然光下,于白色衬底的表面皿或白瓷板上用目视法判别外观。

5.4 铜(Cu)含量的测定

5.4.1 方法提要

试样加硝酸和溴水分解后,用氨水和乙酸调至弱酸性。加掩蔽剂氟化钾,加过量碘化钾,用硫代硫酸钠标准滴定溶液滴定释出的碘,以淀粉指示液指示终点。

5.4.2 试剂

5.4.2.1 氨水。

5.4.2.2 冰乙酸。

5.4.2.3 氟化钾。

5.4.2.4 碘化钾。

5.4.2.5 硝酸溶液:1+3。

5.4.2.6 饱和溴水溶液。

5.4.2.7 硫代硫酸钠标准滴定溶液: $c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3)\approx 0.1\text{ mol/L}$ 。

5.4.2.8 淀粉指示液:10 g/L。

5.4.3 分析步骤

称取约 0.3 g 试样,精确至 0.000 2 g,置于 250 mL 锥形瓶中,在通风橱内进行。加入 10 mL 硝酸溶液,加热至除净氰化氢和氮的氧化物;加入 5 mL 饱和溴水继续加热 5 min,直至溴气被赶尽。用冷水稀释至 25 mL,滴加氨水中和至蓝色出现,加入 5 mL 冰乙酸,冷却至 $10\text{ }^\circ\text{C}\pm 2\text{ }^\circ\text{C}$,加入 0.5 g 氟化钾和 5.0 g 碘化钾,充分摇匀。用硫代硫酸钠标准滴定溶液滴定至试验溶液呈浅棕色或浅黄色,加入 5 mL 淀粉指示液,继续滴定溶液至蓝色刚消失为止。

同时做空白试验,空白试验除不加试样外,其他操作和加入的试剂与试验溶液相同。

5.4.4 结果计算

5.4.4.1 铜含量以铜(Cu)的质量分数 w_1 计,数值以%表示,按公式(1)计算:

$$w_1 = \frac{(V - V_0)c \times M \times 10^{-3}}{m} \times 100 \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中:

V —— 滴定试验溶液中所消耗的硫代硫酸钠标准滴定溶液的体积的数值,单位为毫升(mL);

V_0 —— 滴定空白试验溶液所消耗的硫代硫酸钠标准滴定溶液的体积的数值,单位为毫升(mL);

c —— 硫代硫酸钠标准滴定溶液($\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$)浓度的准确数值,单位为摩尔每升(mol/L);

m —— 试样质量的数值,单位为克(g);

M —— 铜(Cu)摩尔质量的数值,单位为克每摩尔(g/mol)($M=63.55$)。

5.4.4.2 氰化亚铜含量以氰化亚铜(CuCN)的质量分数 w_2 计,数值以%表示,按公式(2)计算:

$$w_2 = \frac{(V - V_0)c \times M \times 10^{-3}}{m} \times 100 \quad \dots\dots\dots (2)$$

式中:

V ——滴定试验溶液中所消耗的硫代硫酸钠标准滴定溶液的体积的数值,单位为毫升(mL);

V_0 ——滴定空白试验溶液所消耗的硫代硫酸钠标准滴定溶液的体积的数值,单位为毫升(mL);

c ——硫代硫酸钠标准滴定溶液($\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$)浓度的准确数值,单位为摩尔每升(mol/L);

m ——试料的质量的数值,单位为克(g);

M ——氰化亚铜(CuCN)摩尔质量的数值,单位为克每摩尔(g/mol)($M=89.56$)。

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(以Cu计)不大于0.2%。

5.5 氰根(CN)含量的测定

5.5.1 警告

本方法使用氰化钠,取试剂和配制氰化钠溶液时应佩戴乳胶手套和防护眼镜,不应带外伤操作。

5.5.2 方法提要

试样溶解于过量的氰化钠溶液中,用硝酸银标准滴定溶液滴定游离的氰根。另做一空白,由两者消耗的硝酸银之差即可计算出氰根含量。

5.5.3 试剂

5.5.3.1 氰化钠溶液:40 g/L,每升加入10 g氢氧化钠。

5.5.3.2 碘化钾溶液:10 g/L。

5.5.3.3 硝酸银标准滴定溶液: $c(\text{AgNO}_3) \approx 0.1$ mol/L。

5.5.4 分析步骤

分别移取10.00 mL氰化钠溶液,分别置于2个锥形瓶中。称取约0.20 g试样,精确至0.001 g,置于其中一个锥形瓶中溶解。在每个锥形瓶中各加入5 mL碘化钾溶液,用硝酸银标准滴定溶液滴定至溶液浑浊不消失为终点。

5.5.5 结果计算

氰根含量以氰根(CN)的质量分数 w_3 计,数值以%表示,按公式(3)计算:

$$w_3 = \frac{(V - V_0)c \times M \times 10^{-3}}{m} \times 100 \quad \dots\dots\dots (3)$$

式中:

V ——滴定试验溶液所消耗的硝酸银标准滴定溶液的体积的数值,单位为毫升(mL);

V_0 ——滴定空白试验溶液所消耗的硝酸银标准滴定溶液的体积的数值,单位为毫升(mL);

c ——硝酸银标准滴定溶液(AgNO_3)浓度的准确数值,单位为摩尔每升(mol/L);

m ——试料质量的数值,单位为克(g);

M ——氰根(CN)摩尔质量的数值,单位为克每摩尔(g/mol)($M=26.01$)。

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0.2%。

5.6 氰化钠溶液不溶物含量的测定

5.6.1 方法提要

试样溶解于一定量的氰化钠溶液后,用已经干燥至质量恒定的玻璃砂坩埚过滤,用水洗涤至滤液呈中性,于105℃~110℃干燥至质量恒定。

5.6.2 试剂

氰化钠溶液:116 g/L。

5.6.3 仪器、设备

5.6.3.1 玻璃砂坩埚:孔径5 μm~15 μm。

5.6.3.2 电热恒温干燥箱:温度能控制在 105℃~110℃。

5.6.4 分析步骤

量取 50 mL 氰化钠溶液,加热至 50℃±2℃,称取 5.5 g 试样,精确至 0.001 g,将试料缓慢加入到氰化钠溶液中,不断搅拌至试料完全溶解,用水稀释至 200 mL;用已于 105℃~110℃干燥至质量恒定的玻璃砂坩埚过滤,用水洗涤至滤液呈中性,将坩埚于 105℃~110℃干燥至质量恒定。

5.6.5 结果计算

氰化钠溶液不溶物含量以质量分数 w_4 计,数值以%表示,按公式(4)计算:

$$w_4 = \frac{m_1 - m_0}{m} \times 100 \dots\dots\dots (4)$$

式中:

m_1 ——玻璃砂坩埚和不溶物的质量的数值,单位为克(g);

m_0 ——玻璃砂坩埚的质量的数值,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 0.04%。

5.7 铁含量的测定

5.7.1 方法提要

同 GB/T 3049—2006 第 3 章。

5.7.2 试剂

5.7.2.1 硝酸。

5.7.2.2 硫酸。

5.7.2.3 氨水。

5.7.2.4 氨水溶液:3+100。

5.7.2.5 硫酸溶液:1+10。

5.7.2.6 其他试剂同 GB/T 3049—2006 第 4 章。

5.7.3 仪器、设备

同 GB/T 3049—2006 第 5 章。

5.7.4 分析步骤

5.7.4.1 工作曲线的绘制

按 GB/T 3049—2006 中 6.3 的规定,使用 4 cm 比色皿及相应的铁标准溶液用量,绘制工作曲线。

5.7.4.2 试验溶液的制备

称取约 5 g 试样,精确至 0.001 g,置于 250 mL 烧杯中。在通风橱内进行操作,加 8 mL 硝酸,使试料润湿,再加 6 mL 硫酸,搅拌溶解,加热至黄烟放尽出现大量白色烟雾为止。冷却至室温,加少量水溶解,加氨水(5.7.2.3)至出现沉淀继而溶解为深蓝色溶液,以中速滤纸过滤,以温氨水溶液(5.7.2.4)洗涤至滤液无蓝色,将带沉淀的漏斗置于 500 mL 容量瓶上,以 25 mL 硫酸溶液(5.7.2.5)溶解漏斗内沉淀,再以温水洗涤数次,稀释至刻度,摇匀。

5.7.4.3 空白试验溶液的制备

除不加试样外,其他操作和加入的试剂与试验溶液相同,并同时处理。

5.7.4.4 测定

移取 20.00 mL 试验溶液和空白试验溶液,分别置于 100 mL 容量瓶中,按 GB/T 3049—2006 中 6.4 的规定,从“必要时,加水至 60 mL”开始进行操作。从工作曲线上得到铁含量。

5.7.5 结果计算

铁含量以铁(Fe)的质量分数 w_5 计,数值以%表示,按公式(5)计算:

$$w_5 = \frac{(m_1 - m_0) \times 10^{-3}}{m \times 20/500} \times 100 \dots\dots\dots (5)$$

式中：

m_1 ——从工作曲线上查得的试验溶液中铁的质量的数值，单位为毫克(mg)；

m_0 ——从工作曲线上查得的空白试验溶液中铁的质量的数值，单位为毫克(mg)；

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0.004%。

6 检验规则

6.1 本标准中规定的全部项目为出厂检验项目，应逐批检验。

6.2 生产企业用相同材料，基本相同的生产条件，连续生产或同一班组生产的同一级别的工业氰化亚铜为一批，每批产品不超过3t。

6.3 按GB/T 6678中的规定确定采样单元数。采样时将采样器自袋的中心垂直插入至料层深度的3/4处采样。将采出的样品混匀，用四分法缩分至约250g，立即装入两个清洁、干燥的广口瓶中，密封，并粘贴标签，注明生产厂名、产品名称、等级、批号、采样日期和采样者姓名。一份用于检验，另一份保存备查。保存时间由企业根据需要确定。

6.4 检验结果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，复验的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断检验结果是否符合本标准。

7 标志、标签

7.1 工业氰化亚铜包装上应有牢固清晰的标志，内容包括生产厂名、厂址、产品名称、等级、净含量、批号(或生产日期)、本标准编号，以及GB 190—2009中规定的“毒性物质”标签。

7.2 每批出厂的工业氰化亚铜都应附有质量证明书，内容包括生产厂名、厂址、产品名称、等级、净含量、批号(或生产日期)和本标准编号。

8 包装、运输、贮存

8.1 工业氰化亚铜外包装采用钢桶包装，厚度不小于0.8mm；内包装采用一层聚乙烯塑料薄膜袋，厚度不小于0.07mm，包装内袋采用两道扎口或热合封口，保证封口严密，钢桶盖应密封牢固。每桶净含量为5kg、15kg、25kg、50kg或按客户要求包装。

8.2 工业氰化亚铜产品在运输过程中应按照危险品运输要求运输，严禁与酸类物质、氧化剂、食品添加剂混装混运。

8.3 工业氰化亚铜产品应按照毒性物质相关贮存要求贮存，严禁与酸类物质、氧化剂、食品添加剂混贮；避免曝晒、雨淋。

9 安全

9.1 工业氰化亚铜为无机氰化物。试验中产生的含氰废液不能返回生产时，应统一收集送到指定地点进行处理，处理后方可排放，处理方法参见本标准附录A。

9.2 工作人员在作业现场应穿戴工作服及符合安全质量要求的防护用品，工作服和用品应有专用的存放地点。

9.3 工作现场禁止吸烟、进食和饮水。工作完毕，彻底清洗。穿着工作服不得进入食堂。

9.4 工业氰化亚铜包装用后应销毁，不得再次使用或挪作他用。

附 录 A
(资料性附录)
含氰废液的处理

A.1 方法提要

在碱性介质中,以次氯酸盐为氧化剂,使氰氧化为无毒的氮气和二氧化碳。

A.2 处理步骤

将废液收集于约 10 L 的容器中,加入 30 %氢氧化钠溶液至废液的 pH 值大于 8.5(用 pH 试纸检验),在通风橱内,加入次氯酸盐并充分搅拌直至过量为止(用淀粉-碘化钾试纸检验)。放置 12 h 后方可排放。

中华人民共和国
化工行业标准
工业氰化亚铜

HG/T 2827—2011

出版发行:化学工业出版社

(北京市东城区青年湖南街13号 邮政编码100011)

化学工业出版社印刷厂

880mm×1230mm 1/16 印张 $\frac{1}{2}$ 字数14千字

2012年3月北京第1版第1次印刷

书号:155025·1159

购书咨询:010-64518888

售后服务:010-64518899

网址:<http://www.cip.com.cn>

凡购买本书,如有缺损质量问题,本社销售中心负责调换。

定价:10.00元

版权所有 违者必究