



# HG

## 中华人民共和国化工行业标准

HG/T 2961—2010

代替 HG/T 2961—1999

### 工业氧化亚铜

Cuprous oxide for industrial use

中华人民共和国

化工行业标准

工业氧化亚铜

HG/T 2961—2010

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)

北京云浩印刷有限责任公司印装

880mm×1230mm 1/16 印张1 字数27千字

2011年3月北京第1版第1次印刷

书号：155025·0863

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：14.00元

版权所有 违者必究

2010-11-22 发布

2011-03-01 实施

中华人民共和国工业和信息化部 发布

## 前言

本标准代替 HG/T 2961—1999《工业氧化亚铜》。

本标准与 HG/T 2961—1999 相比主要技术差异如下：

- 总铜测定中用乙醇替代了毒性较大的丙酮(本版的 5.7.1)；
- 氯化物测定方法由重量法改为比浊法(本版的 5.8)；
- 非铜金属测定采用原子吸收方法(本版的 5.15)；
- 本标准出厂检验项目进行了调整,对生产中能稳定控制并低于指标要求的项目不作逐批检查(本版的 6.1.2)。

本标准由中国石油和化学工业协会提出。

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、江苏泰兴冶炼厂。

本标准主要起草人:范国强、徐金章、刘志荣、刘后传、钱亚、王国清。

本标准所代替标准的历次版本发布情况:

本标准 1980 年 1 月首次发布为国家标准 GB 1620—1979《氧化亚铜》,1992 年调整为化工行业标准,原国家标准 GB 1620—1979 于 1997 年废止,1998 年重新编号为 HG/T 2961—1979(1997)。1999 年第 1 次修订为 HG/T 2961—1999。

www.docin.com

工业氧化亚铜

1 范围

本标准规定了工业氧化亚铜的要求、试验方法、检验规则、标志、标签、包装、运输和贮存。  
本标准适用于工业氧化亚铜。该产品主要用于船舶防污漆、玻璃、杀菌剂等方面。

2 规范性引用文件

下列文件中的条款通过本标准的引用而成为本标准的条款。凡是注日期的引用文件，其随后所有的修改单(不包括勘误的内容)或修订版均不适用于本标准，然而，鼓励根据本标准达成协议的各方研究是否可使用这些文件的最新版本。凡是不注日期的引用文件，其最新版本适用于本标准。

- 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(mod ISO 3696 : 1987)
- 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滴定溶液的制备
- HG/T 3696.2 无机化工产品化学分析用杂质标准溶液的制备
- HG/T 3696.3 无机化工产品化学分析用试剂及制品的制备

3 分子式和分子量

分子式:  $\text{Cu}_2\text{O}$   
相对分子质量: 143.09(按 2007 年国际相对原子质量)

4 要求

- 4.1 外观: 橙红色至暗红色粉末。
- 4.2 工业氧化亚铜应符合表 1 要求。

表 1 要求

项 目	指 标		
	优等品	一等品	合格品
总还原率(以 $\text{Cu}_2\text{O}$ 计)/%	$\geq 98.0$	97.0	—
金属铜(Cu)w/%	$\leq 1.0$	2.0	3.0
氧化亚铜(以 $\text{Cu}_2\text{O}$ 计)w/%	$\geq 97.0$	96.0	95.0
总铜(Cu)w/%	$\geq 87.0$	86.0	—
氯化物(以 Cl 计)w/%	$\leq 0.5$	0.5	—
硫酸盐(以 $\text{SO}_4$ 计)w/%	$\leq 0.5$	0.5	—
水分 w/%	$\leq 0.5$	0.5	0.5
丙酮溶解物 w/%	$\leq 0.5$	—	—
稳定性试验后还原率减少量/%	$\leq 2.0$	2.0	—
筛余物(45 $\mu\text{m}$ )w/%	$\leq 0.3$	0.5	1.0
75 $\mu\text{m}$ 筛上硝酸不溶物 w/%	$\leq 0.1$	—	—
非铜金属 w/%	$\leq 0.5$	—	—



## 5 试验方法

### 5.1 安全提示

本标准中使用的强酸强碱均具有腐蚀性,操作时应谨慎,避免溅出;挥发性有机溶剂有害人体健康且易燃,应注意在通风橱内进行操作,并防止与明火接触。

### 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 的规定制备。

### 5.3 外观检验

在自然光条件下,用目视法判别。

### 5.4 总还原率的测定

#### 5.4.1 方法提要

样品中加入三氯化铁,将亚铜和铜全部氧化为二价铜,同时被还原成的二价铁用高铈盐滴定,过量的高铈盐用硫酸亚铁铵标准滴定溶液返滴定。计算总还原率。

#### 5.4.2 试剂

5.4.2.1 三氯化铁溶液:75 g 三氯化铁( $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ )溶解于 150 mL 盐酸和 400 mL 水的混合液中,加入 30 % 过氧化氢 5 mL,煮沸除去过量的过氧化氢。

5.4.2.2 硫酸高铈标准滴定溶液: $c[\text{Ce}(\text{SO}_4)_2] \approx 0.1 \text{ mol/L}$ 。

5.4.2.3 硫酸亚铁铵标准滴定溶液: $c[\text{Fe}(\text{NH}_4)_2(\text{SO}_4)_2] \approx 0.03 \text{ mol/L}$ 。

称取 12 g 硫酸亚铁铵 $[\text{Fe}(\text{NH}_4)_2(\text{SO}_4)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}]$ 溶于 300 mL (1+9) 硫酸溶液,置于 1000 mL 容量瓶中用水稀释至刻度。此溶液每日使用前以邻菲罗啉为指示剂用硫酸高铈标准滴定溶液标定。

5.4.2.4 邻菲罗啉指示液:5 g/L。

#### 5.4.3 分析步骤

称取 0.14 g~0.15 g 试样,精确至 0.000 2 g,置于 250 mL 锥形瓶中,加入直径 4 mm~5 mm 玻璃珠适量,并加入 10 mL 三氯化铁溶液,摇动至样品完全溶解后再加入 50 mL 水,立即用硫酸高铈标准滴定溶液滴定,至近终点时加入 2 滴邻菲罗啉指示液,继续滴定到溶液由橙红色变为青蓝色,再用硫酸亚铁标准滴定溶液回滴到溶液呈橙红色为终点。

#### 5.4.4 结果计算

总还原率以氧化亚铜( $\text{Cu}_2\text{O}$ )的质量分数  $w_1$  计,数值以 % 表示,按式(1)计算:

$$w_1 = \frac{(c_1 V_1 - c_2 V_2) M / 2}{1000m} \times 100 \quad (1)$$

式中:

$c_1$ ——硫酸高铈标准滴定溶液准确浓度的数值,单位为摩尔每升(mol/L);

$c_2$ ——硫酸亚铁铵标准滴定溶液实际浓度的数值,单位为摩尔每升(mol/L);

$V_1$ ——滴定试验溶液消耗硫酸高铈标准滴定溶液的体积的数值,单位为毫升(mL);

$V_2$ ——滴定试验溶液消耗硫酸亚铁铵标准滴定溶液的体积的数值,单位为毫升(mL);

$m$ ——试料的质量的数值,单位为克(g);

$M$ ——氧化亚铜( $\text{Cu}_2\text{O}$ )的摩尔质量的数值,单位为克每摩尔(g/mol) ( $M=143.09$ )。

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 0.3 %。

### 5.5 金属铜含量的测定

#### 5.5.1 方法提要

样品在低温下,加入萃取溶液将铜的氧化物全部溶解,与金属铜过滤分离后,铜用三氯化铁氧化,同

时被还原成的二价铁用高铈盐滴定,计算金属铜含量。

#### 5.5.2 试剂

5.5.2.1 变性乙醇:95 % 乙醇 995 mL 加 5 mL 苯。

5.5.2.2 萃取溶液:40 g 氯化亚锡( $\text{SnCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ )溶解于 40 mL 盐酸中,再加入 1000 mL 变性乙醇充分混合。

5.5.2.3 三氯化铁溶液:75 g 三氯化铁( $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ )溶解于 150 mL 盐酸和 400 mL 水的混合液中,加入 30 % 过氧化氢 5 mL,煮沸除去过量的过氧化氢。

5.5.2.4 硫酸高铈标准滴定溶液: $c[\text{Ce}(\text{SO}_4)_2] \approx 0.1 \text{ mol/L}$ 。

5.5.2.5 邻菲罗啉指示剂溶液:5 g/L。

5.5.2.6 酸洗石棉。

5.5.2.7 干冰。

#### 5.5.3 仪器、设备

古氏坩埚。

#### 5.5.4 分析步骤

称取 0.5 g 试样,精确至 0.000 2 g,置于 500 mL 锥形瓶内,加入直径 4 mm~5 mm 玻璃珠适量,加 25 mL 变性乙醇,加入适量干冰,振摇,始终使溶液保持 0℃ 左右。再加入 100 mL 萃取溶液振摇 2 min~5 min,待铜的氧化物溶解完全后,在古氏坩埚中用酸洗石棉抽滤。酸洗石棉层的厚度以能阻止细微的铜粉穿透为止。用 100 mL 变性乙醇分两次洗涤烧瓶,并淋洗滤出残渣,再水洗两次,然后将残渣连同酸洗石棉转入原来的锥形瓶中。加 25 mL 三氯化铁溶液,振摇,残渣溶解后加入 50 mL 水和 2 滴邻菲罗啉指示剂,用硫酸高铈标准滴定溶液滴定到溶液由橙红色变为青蓝色为终点。

#### 5.5.5 结果计算

金属铜含量以铜(Cu)的质量分数  $w_2$  计,数值以 % 表示,按式(2)计算:

$$w_2 = \frac{cVM/2}{1000m} \times 100 \quad (2)$$

式中:

$c$ ——硫酸高铈标准滴定溶液准确浓度的数值,单位为摩尔每升(mol/L);

$V$ ——滴定试验溶液消耗硫酸高铈标准滴定溶液的体积的数值,单位为毫升(mL);

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

$m$ ——试样的质量的数值,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 0.1 %。

### 5.6 氧化亚铜含量的计算

氧化亚铜的质量分数  $w_3$ ,数值以 % 表示,按式(3)计算:

$$w_3 = w_1 - 2.252w_2 \quad (3)$$

式中:

$w_1$ ——以氧化亚铜计的总还原率的数值,以 % 表示;

$w_2$ ——金属铜质量分数的数值,以 % 表示;

2.252——金属铜换算为氧化亚铜的系数。

### 5.7 总铜的测定

#### 5.7.1 电沉积法(仲裁法)

##### 5.7.1.1 方法提要

样品用硝酸、硫酸混合酸溶解后,用铂网电极在一定电流下将铜完全电沉积出来,称量,计算总铜量。电沉积后的溶液用于测定非铜金属。



## 5.7.1.2 试剂

## 5.7.1.2.1 硫酸;

## 5.7.1.2.2 硫酸铵;

## 5.7.1.2.3 无水乙醇;

## 5.7.1.2.4 混合酸(硝酸+硫酸+水=7+10+25)。

## 5.7.1.3 仪器、设备

## 5.7.1.3.1 电解分析器;配有铂网电极(网直径25 mm,网高40 mm);

## 5.7.1.3.2 电热恒温干燥箱;温度能控制在105℃~110℃。

## 5.7.1.4 分析步骤

准确称取1.0 g试样,精确至0.000 2 g,置于300 mL烧杯中,加入30 mL混合酸,加热溶解,煮沸至近干,冷却后用水稀释至150 mL,加入1 mL硫酸和1 g硫酸铵。称量铂网电极,精确至0.000 2 g,放入溶液中,通2 A电流电解2 h,将铜电镀到铂网电极上,用水稀释并继续电解15 min。取出电极,用无水乙醇洗涤铂电极3次~4次,立即放于105℃~110℃的电热恒温干燥箱中干燥5 min,取出置于干燥器中冷却至室温,称量电解沉积后的铂网电极。

## 5.7.1.5 结果计算

总铜的质量分数以铜(Cu)的质量分数 $w_4$ 计,数值以%表示,按式(4)计算:

$$w_4 = \frac{m_1 - m_2}{m} \times 100 \quad (4)$$

式中:

$m_1$ ——铂网电极加电沉积铜的质量的数值,单位为克(g);

$m_2$ ——铂网电极的质量的数值,单位为克(g);

$m$ ——试料的质量的数值,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0.3%。

## 5.7.2 碘量法

## 5.7.2.1 方法提要

试样用硝酸溶解后,冷却定容,干过滤。定量移取滤液,用氨水和乙酸调至弱酸性,加入掩蔽剂氯化钠,加入碘化钾,滴定释出的碘,计算总铜含量。

## 5.7.2.2 试剂

## 5.7.2.2.1 硝酸;

## 5.7.2.2.2 硫酸;

## 5.7.2.2.3 碘化钾;

## 5.7.2.2.4 乙酸:36%;

## 5.7.2.2.5 氨水溶液:1+1;

## 5.7.2.2.6 氯化钠溶液:50 g/L;

## 5.7.2.2.7 硫氰酸铵溶液:250 g/L;

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

## 5.7.2.2.9 可溶性淀粉指示液:5 g/L。

## 5.7.2.3 分析步骤

称取1 g试样,精确至0.000 2 g,加入20 mL水、5 mL硝酸、2.5 mL硫酸,加热溶解并蒸发至有白烟逸出,冷却至室温,移入100 mL容量瓶,用水稀释至刻度,用定性滤纸干过滤,弃去前滤液。取滤液10 mL,加入10 mL水,用氨水中和,待沉淀生成后继续中和到沉淀溶解。加5 mL乙酸、8 mL氯化钠溶液,再加2 g碘化钾。用硫代硫酸钠标准滴定溶液滴定至溶液呈淡黄色。加5 mL淀粉溶液,继续滴定到蓝色消失。加入5 mL硫氰酸铵溶液,此时溶液又呈蓝色,继续用硫代硫酸钠标准滴定溶液滴定到蓝色消失为终点。

## 5.7.2.4 结果计算

总铜的质量分数以铜(Cu)的质量分数 $w_5$ 计,数值以%表示,按式(5)计算:

$$w_5 = \frac{cVM/1000}{m \times 10/100} \times 100 \quad (5)$$

式中:

$c$ ——硫代硫酸钠标准滴定溶液的准确浓度的数值,单位为摩尔每升(mol/L);

$V$ ——硫代硫酸钠标准滴定溶液的消耗体积的数值,单位为毫升(mL);

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

$m$ ——试料的质量的数值,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0.3%。

## 5.8 氯化物含量的测定

## 5.8.1 方法提要

试样用硝酸溶解、过滤,取一定体积转移到比色管中。标准比浊溶液中加入与试样溶液接近量的无氯离子硝酸铜。加入硝酸银溶液,放置10 min,进行浊度比较。

## 5.8.2 试剂

## 5.8.2.1 硝酸。

## 5.8.2.2 硝酸银溶液:50 g/L。

## 5.8.2.3 无氯离子硝酸铜溶液:称取1 g试样,加入10 mL水,滴加硝酸10 mL,加热至样品完全溶解,加8 mL 5 mol/L硝酸、8 mL 50 g/L硝酸银,稀释至100 mL,放置12 h~18 h,过滤。

## 5.8.2.4 氯化物标准溶液:1 mL溶液含氯(Cl)0.1 mg。

配制:用移液管移取10 mL按HG/T 3696.2规定配制的氯化物标准溶液,置于100 mL容量瓶中,稀释至刻度。

## 5.8.3 仪器

50 mL比色管。

## 5.8.4 分析步骤

准确称取1 g试样(准确到0.001 g),加入10 mL硝酸,加热溶解,沸腾3 min,过滤,转入100 mL容量瓶中,稀释至刻度。

移取10 mL至50 mL比色管中,加入2 mL硝酸、2 mL硝酸银,稀释至刻度,摇匀,放置10 min,所呈浊度不得深于标准溶液的浊度。

标准溶液是移取10 mL无氯离子硝酸铜溶液,加入2 mL硝酸、2 mL硝酸银、5 mL氯化物标准溶液(样品含氯离子0.5%),稀释至同样体积,与样品同时放置10 min后进行比浊。

## 5.9 硫酸盐含量的测定

## 5.9.1 方法提要

试样用硝酸溶解,加入过量的碳酸钠饱和溶液,使铜离子沉淀,定容。定量移取清液,用硝酸调成微酸性,加入氯化钡溶液沉淀出硫酸根,过滤、洗涤沉淀,干燥至质量恒定。

## 5.9.2 试剂和溶液

## 5.9.2.1 硝酸。

## 5.9.2.2 氯化钡溶液:100 g/L。

称取117 g氯化钡( $\text{BaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ )溶于水并稀释至1 L。

## 5.9.2.3 盐酸溶液:1+1。

## 5.9.2.4 碳酸钠饱和溶液。

## 5.9.3 仪器、设备

5.9.3.1 玻璃砂坩埚;孔径5  $\mu\text{m}$ ~15  $\mu\text{m}$ ;



### 5.9.3.2 电热恒温干燥箱:温度能控制在 105℃~110℃。

#### 5.9.4 分析步骤

准确称取 10 g 样品,于 250 mL 烧杯中,加入过量的硝酸,微热至样品溶解,用水稀释至约 150 mL,加入过量的碳酸钠饱和溶液,并加热至沸,将溶液转入 500 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,静置沉降。

移取 50 mL 溶液于 250 mL 烧杯中,用硝酸调成微酸性,用水稀释至约 200 mL,加入约 1 mL 盐酸溶液,加热至沸并缓慢加入 10 mL 氯化钡溶液,静置沉降。用已于 105℃~110℃ 下干燥至质量恒定的玻璃砂坩埚过滤,洗涤沉淀,于 105℃~110℃ 的电热恒温干燥箱中干燥至质量恒定。

#### 5.9.5 结果计算

硫酸盐的质量分数以(SO<sub>4</sub>)计  $w_5$ ,数值以%表示,按式(6)计算:

$$w_5 = \frac{m_1 \times 0.412}{m \times 50/500} \times 100 \quad (6)$$

式中:

$m_1$ ——硫酸钡的质量的数值,单位为克(g);

$m$ ——试料的质量的数值,单位为克(g);

0.412——硫酸钡换算为硫酸盐(以 SO<sub>4</sub> 计)的系数。

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 0.1%。

### 5.10 水分的测定

#### 5.10.1 方法提要

将样品放置在圆底烧瓶内,加入二甲苯,用非明火加热烧瓶由二甲苯蒸气将样品中的水分带出。蒸气在冷凝器内,水冷凝分层于收集器,读出水分体积。

#### 5.10.2 试剂

二甲苯。

#### 5.10.3 仪器

水分测定器:由短颈圆底烧瓶(500 mL)、冷凝水收集器(10 mL,具有 0.1 mL 分度)和冷凝器三部分组成(见图 1)。

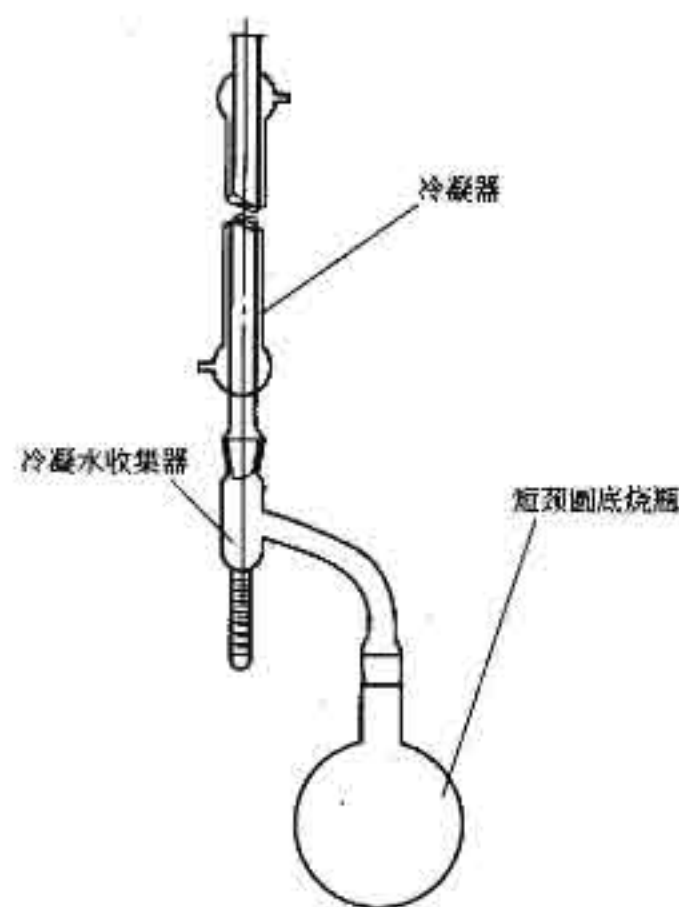


图 1 水分测定器

#### 5.10.4 分析步骤

称取 50 g 试样(精确至 0.01 g),置于水分测定器的烧瓶内,加入 100 mL 二甲苯,在空气浴上加热使烧瓶中溶液沸腾,并持续半小时,至冷凝水收集器的水量不再增加时停止加热,如冷凝器壁附有水珠则用二甲苯洗下。读取收集器中水分的体积(mL)。

#### 5.10.5 结果计算

水分  $w_7$ ,数值以%表示,按式(7)计算:

$$w_7 = \frac{\rho V}{m} \times 100 \quad (7)$$

式中:

$\rho$ ——水的密度,常温下视为 1 g/mL;

$V$ ——水分的收集体积,单位为毫升(mL);

$m$ ——试料的质量的数值,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 0.1%。

### 5.11 丙酮溶解物含量的测定

#### 5.11.1 试剂

丙酮。

#### 5.11.2 仪器、设备

电热恒温干燥箱:温度能控制在 105℃±2℃。

#### 5.11.3 分析步骤

准确称取 5.0 g 试样,精确至 0.001 g,置于 250 mL 带玻璃塞的锥形瓶中。加入 100 mL 丙酮,剧烈摇动 15 min,静置沉降。将溶液通过慢速滤纸过滤到 250 mL 烧杯中,用丙酮充分洗涤锥形瓶和滤纸,以洗出所有丙酮溶解物。在 80℃~90℃ 水浴上蒸发含溶解物的丙酮,使体积减小至约 30 mL,然后转移到已质量恒定的 100 mL 烧杯中,用少量丙酮洗涤原烧杯。洗液合并到 100 mL 烧杯中,将所有丙酮蒸发掉,并在 105℃±2℃ 的电热恒温干燥箱中干燥至质量恒定。

#### 5.11.4 结果计算

丙酮溶解物的质量分数  $w_8$ ,数值以%表示,按式(8)计算:

$$w_8 = \frac{m_1}{m} \times 100 \quad (8)$$

式中:

$m_1$ ——残渣质量的数值,单位为克(g);

$m$ ——试料的质量的数值,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 0.1%。

### 5.12 稳定性试验

#### 5.12.1 试剂

硫酸溶液:11%。

#### 5.12.2 仪器、设备

5.12.2.1 表面皿:φ 100 mm×15 mm;

5.12.2.2 干燥器:图 2;

5.12.2.3 电热恒温干燥箱:温度能控制在 40℃±2℃。

#### 5.12.3 分析步骤

称取约 100 g 试样,铺放于表面皿上,置于底部放有约 200 mL 硫酸溶液的干燥器中(相对湿度为 95%左右),盖严。将干燥器置于 40℃±2℃ 电热恒温干燥箱中加热 72 h。从电热恒温干燥箱中取出试样,按 5.4 测定总还原率。称取留下的试样 50 g,按 5.10 测定水分含量。

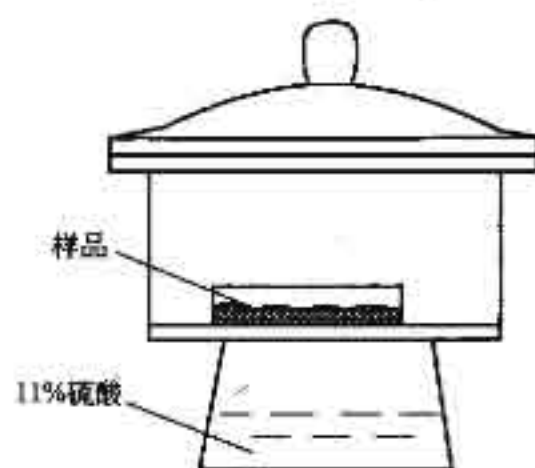


图2 干燥器

## 5.12.4 结果计算

总还原率减少的质量分数  $w_9$ , 数值以%表示, 按式(9)计算:

$$w_9 = \frac{w_b - w_a / (100 - w_7)}{w_b} \times 100 \quad (9)$$

式中:

$w_b$ ——稳定性试验前的总还原率的数值, 以%表示;

$w_a$ ——稳定性试验后的总还原率的数值, 以%表示;

$w_7$ ——按 5.10 测定的水分含量的数值, 以%表示。

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 0.5%。

5.13 筛余物(45  $\mu\text{m}$ )含量的测定

## 5.13.1 试剂

95%乙醇。

## 5.13.2 仪器

5.13.2.1 试验筛: 筛孔直径 45  $\mu\text{m}$ ;

5.13.2.2 排笔: 4号;

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

## 5.13.3 分析步骤

称取约 10 g 试样, 精确至 0.01 g, 放入已质量恒定并用乙醇润湿过的筛子内, 用乙醇将试样润湿, 将筛底部分浸入水中, 用排笔轻轻洗刷多次, 更换洗水直至洗水澄清和排笔上没有试样, 用水冲洗 2 次, 再用乙醇冲洗一次, 在  $105^\circ\text{C} \pm 2^\circ\text{C}$  电热恒温干燥箱中烘 3 h 后放入干燥器中, 冷却至室温, 称量。

## 5.13.4 结果计算

45  $\mu\text{m}$  筛上筛余物的质量分数  $w_{10}$ , 数值以%表示, 按式(10)计算:

$$w_{10} = \frac{m_1 - m_2}{m} \times 100 \quad (10)$$

式中:

$m_1$ ——试验筛和筛余物质量的数值, 单位为克(g);

$m_2$ ——试验筛质量的数值, 单位为克(g);

$m$ ——试样质量的数值, 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 0.1%。

5.14 75  $\mu\text{m}$  筛上硝酸不溶物含量的测定

## 5.14.1 试剂

硝酸溶液: 1+3。

## 5.14.2 仪器、设备

5.14.2.1 试验筛: 筛孔直径 75  $\mu\text{m}$ ;

5.14.2.2 玻璃砂坩埚: 孔径为 5  $\mu\text{m}$ ~15  $\mu\text{m}$ ;

5.14.2.3 排笔: 4号;

5.14.2.4 电热恒温干燥箱: 温度能控制在  $105^\circ\text{C}$ ~ $110^\circ\text{C}$ 。

## 5.14.3 分析步骤

称取 10 g 试样(精确至 0.01 g), 用 75  $\mu\text{m}$  试验筛代替 45  $\mu\text{m}$  试验筛, 5.13.3 试验后, 将筛上的筛余物全部移入 250 mL 烧杯中, 加入 50 mL 硝酸溶液, 煮沸 5 min。用已用硝酸溶液清洗并质量恒定的玻璃砂坩埚过滤, 用热水洗涤残渣, 于  $105^\circ\text{C}$ ~ $110^\circ\text{C}$  电热恒温干燥箱中干燥至质量恒定。

## 5.14.4 结果计算

75  $\mu\text{m}$  筛上硝酸不溶物的质量分数  $w_{11}$ , 数值以%表示, 按式(11)计算:

$$w_{11} = \frac{m_1 - m_2}{m} \times 100 \quad (11)$$

式中:

$m_1$ ——玻璃砂坩埚和硝酸不溶物质量的数值, 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 0.02%。

## 5.15 非铜金属含量的测定

## 5.15.1 标准加入法(仲裁法)

## 5.15.1.1 方法提要

试样加混合酸溶解, 定容, 使用空气-乙炔火焰原子吸收光谱仪, 采用标准加入法, 测定铁、镍、钴、锌等元素含量。

## 5.15.1.2 试剂

5.15.1.2.1 铁标准溶液: 1 mL 溶液含铁(Fe)0.1 mg。

用移液管移取 10 mL 按 HG/T 3696.2 规定配制的相应铁标准溶液, 置于 100 mL 容量瓶中, 稀释至刻度。

5.15.1.2.2 钴标准溶液: 1 mL 溶液含钴(Co)0.1 mg。

用移液管移取 10 mL 按 HG/T 3696.2 规定配制的相应钴标准溶液, 置于 100 mL 容量瓶中, 稀释至刻度。

5.15.1.2.3 镍标准溶液: 1 mL 溶液含镍(Ni)0.1 mg。

用移液管移取 10 mL 按 HG/T 3696.2 规定配制的相应镍标准溶液, 置于 100 mL 容量瓶中, 稀释至刻度。

5.15.1.2.4 锌标准溶液: 1 mL 溶液含锌(Zn)0.1 mg。

用移液管移取 10 mL 按 HG/T 3696.2 规定配制的相应锌标准溶液, 置于 100 mL 容量瓶中, 稀释至刻度。

5.15.1.2.5 混合酸: 硝酸+硫酸+水=14+20+50。

## 5.15.1.3 仪器

原子吸收分光光度计: 配有铁、镍、钴、锌空心阴极灯。

## 5.15.1.4 分析步骤

## 5.15.1.4.1 试验溶液的制备

称取试样 5 g(精确到 0.000 2 g), 加入混合酸 80 mL, 加热至完全溶解、过滤, 转移至 250 mL 容量瓶中, 加水稀释至刻度, 摇匀, 备用。

## 5.15.1.4.2 测定

定量移取试验溶液(按表 2、表 3)至 100 mL 容量瓶中, 然后每个瓶中分别加入铁、镍、钴、锌标准溶液(铁、镍、钴标准添加量为 0 mL、0.5 mL、1.5 mL、2 mL; 锌为 0 mL、0.1 mL、0.2 mL、0.3 mL), 用二次蒸馏水稀释至刻度, 使用空气-乙炔火焰原子吸收光谱仪(波长见表 4), 用标准加入法测定铁、钴、镍、锌的含量。



表 2 样品铁、钴、镍含量与移取体积关系表

含量/(mg/kg)	移取体积/mL
<500	10
500~1 000	5
>1 000	2

表 3 样品锌含量与移取体积关系表

含量/(mg/kg)	移取体积/mL
<500	1
500~1 000	0.5
>1 000	0.2

表 4 原子吸收光谱仪测定元素使用的波长

元素名称	Fe	Zn	Ni	Co
特征波长/nm	248.3	213.0	232.0	240.7

5.15.1.5 结果计算

非铜金属含量以铁、镍、钴、锌质量分数之和  $w_{12}$  计,数值以%表示,按式(12)计算:

$$w_{12} = \left( \frac{m_{Fe}/1\,000}{mV_{Fe}/250} + \frac{m_{Ni}/1\,000}{mV_{Ni}/250} + \frac{m_{Co}/1\,000}{mV_{Co}/250} + \frac{m_{Zn}/1\,000}{mV_{Zn}/250} \right) \times 100 \quad (12)$$

式中:

$m_{Fe}$ ——100 mL 容量瓶中测得的铁含量的数值,单位为毫克(mg);

$m_{Ni}$ ——100 mL 容量瓶中测得的镍含量的数值,单位为毫克(mg);

$m_{Co}$ ——100 mL 容量瓶中测得的钴含量的数值,单位为毫克(mg);

$m_{Zn}$ ——100 mL 容量瓶中测得的锌含量的数值,单位为毫克(mg);

$m$ ——试样质量的数值,单位为克(g);

$V_{Fe}$ ——测铁时移取试验溶液体积的数值,单位为毫升(mL);

$V_{Ni}$ ——测镍时移取试验溶液体积的数值,单位为毫升(mL);

$V_{Co}$ ——测钴时移取试验溶液体积的数值,单位为毫升(mL);

$V_{Zn}$ ——测锌时移取试验溶液体积的数值,单位为毫升(mL)。

5.15.2 铜基体添加法

5.15.2.1 方法提要

试样经混合酸溶解,定容,使用空气-乙炔火焰原子吸收光谱仪,利用加入与试样中铜含量相当的基体铜于标准溶液中消除基体影响,用标准曲线法测出试样中铁、镍、钴、锌等元素含量。

5.15.2.2 试剂

5.15.2.2.1 铁标准溶液:每毫升溶液含铁(Fe)0.1 mg。

用移液管移取 10 mL 按 HG/T 3696.2 规定配制的相应铁标准溶液,置于 100 mL 容量瓶中,稀释至刻度。

5.15.2.2.2 钴标准溶液:每毫升溶液含钴(Co)0.1 mg。

用移液管移取 10 mL 按 HG/T 3696.2 规定配制的相应钴标准溶液,置于 100 mL 容量瓶中,稀释至刻度。

5.15.2.2.3 镍标准溶液:每毫升溶液含镍(Ni)0.1 mg。

用移液管移取 10 mL 按 HG/T 3696.2 规定配制的相应镍标准溶液,置于 100 mL 容量瓶中,稀释至刻度。

5.15.2.2.4 锌标准溶液:每毫升溶液含锌(Zn)0.1 mg。

用移液管移取 10 mL 按 HG/T 3696.2 规定配制的相应锌标准溶液,置于 100 mL 容量瓶中,稀释

至刻度。

5.15.2.2.5 混合酸:硝酸+硫酸+水=14+20+50。

5.15.2.2.6 铜基体溶液:称取 4.3 g 高纯阴极铜,精确至 0.000 2 g,用 50 mL 1+1 优级纯硝酸溶解,转移到 250 mL 容量瓶中,稀释至刻度备用。

5.15.2.3 仪器

原子吸收分光光度计:配有铁、镍、钴、锌空心阴极灯。

5.15.2.4 分析步骤

5.15.2.4.1 试验溶液的制备

同 5.15.1.4.1。

5.15.2.4.2 标准曲线的绘制

分别移取 0 mL、1 mL、2 mL、3 mL 铁标准液、钴标准液、镍标准液(锌标准液取 0 mL、0.1 mL、0.2 mL、0.3 mL、0.4 mL)于各自一组 100 mL 容量瓶中,加入与待测试样中铜相当的基体铜溶液,用二次蒸馏水稀释至刻度,然后使用空气-乙炔火焰原子吸收光谱仪(波长见表 4),测定标准溶液系列的吸光度,减去“零”浓度溶液的平均吸光度,分别绘制出铁、钴、镍、锌的工作曲线。

5.15.2.4.3 测定

从溶液中移取一定量(见表 5、表 6)试验溶液,于 100 mL 容量瓶中,加入 2 mL 优级纯硝酸,用二次蒸馏水稀释至刻度,使用空气-乙炔火焰,测定试液的吸光度。由吸光度计算出铁、钴、镍、锌的含量。

5.15.2.4.4 结果计算

非铜金属含量以铁、镍、钴、锌质量分数之和  $w_{13}$  计,数值以%表示,按式(13)计算:

$$w_{13} = \left( \frac{m_{Fe}/1\,000}{mV_{Fe}/250} + \frac{m_{Ni}/1\,000}{mV_{Ni}/250} + \frac{m_{Co}/1\,000}{mV_{Co}/250} + \frac{m_{Zn}/1\,000}{mV_{Zn}/250} \right) \times 100 \quad (13)$$

式中:

$m_{Fe}$ ——100 mL 容量瓶中测得的铁含量的数值,单位为毫克(mg);

$m_{Ni}$ ——100 mL 容量瓶中测得的镍含量的数值,单位为毫克(mg);

$m_{Co}$ ——100 mL 容量瓶中测得的钴含量的数值,单位为毫克(mg);

$m_{Zn}$ ——100 mL 容量瓶中测得的锌含量的数值,单位为毫克(mg);

$m$ ——试样质量的数值,单位为克(g);

$V_{Fe}$ ——测铁时移取试样体积的数值,单位为毫升(mL);

$V_{Ni}$ ——测镍时移取试样体积的数值,单位为毫升(mL);

$V_{Co}$ ——测钴时移取试样体积的数值,单位为毫升(mL);

$V_{Zn}$ ——测锌时移取试样体积的数值,单位为毫升(mL)。

表 5 样品铁、钴、镍含量与移取体积关系表

含量/(mg/kg)	移取体积/mL
<500	10
500~1 000	5
>1 000	2

表 6 样品锌含量与移取体积关系表

含量/(mg/kg)	移取体积/mL
<500	1
500~1 000	0.5
>1 000	0.2



## 6 检验规则

### 6.1 本标准采用型式检验和出厂检验。

#### 6.1.1 型式检验

本标准规定的所有项目为型式检验项目,在正常情况下,三个月至少进行一次型式检验。在下列情况之一时,必须进行型式检验:

- a) 更新关键生产工艺;
- b) 主要原料有变化;
- c) 停产又恢复生产;
- d) 与上次型式检验有较大差异;
- e) 合同规定。

#### 6.1.2 出厂检验

氧化亚铜、总铜、总还原率、金属铜、筛余物为出厂检验项目,必须逐批检验。

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氧化亚铜为一批,每批产品不大于10 t。

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,用四分法缩分至不少于400 g。将样品分装于两个清洁、干燥的容器中,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。一份供检验用,另一份保存备查,保存时间由生产厂根据实际情况确定。

6.4 生产厂应保证所有出厂的工业氧化亚铜都符合本标准要求。

6.5 检验结果如有指标不符合本标准要求,应重新自两倍量的包装中采样进行复验,复验结果即使只有一项指标不符合本标准的要求时,则整批产品为不合格。

6.6 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 工业氧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、净含量、等级、批号或生产日期、本标准编号。

7.2 每批出厂的氧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、净含量、等级、批号或生产日期、产品质量符合本标准的证明和本标准编号。

## 8 包装、运输、贮存

8.1 工业氧化亚铜采用铁桶、塑料桶或复合纸袋三种形式包装。桶包装内衬一层聚乙烯薄膜袋,厚度不小于0.07 mm,铁桶包装每桶净含量为25 kg或50 kg;塑料桶包装每桶净含量为25 kg;复合纸袋包装采用三层牛皮纸(80 g/m<sup>2</sup>),最内一层衬铝箔纸,每袋净含量为25 kg。

8.2 铁桶或塑料桶包装内袋用热封封口;复合纸袋包装内袋抽真空后用热封封口,外袋用缝包机封口后用胶带纸封好袋口。

8.3 工业氧化亚铜产品应贮存在阴凉、干燥、通风良好的库房内。

8.4 工业氧化亚铜产品运输时应注意防止日晒、雨淋,保持包装完好。